

TUGAS AKHIR - TL 141584

# **ANALISIS PENGARUH VARIASI LARUTAN ASAM ( $\text{HNO}_3$ , $\text{H}_2\text{SO}_4$ , $\text{HCl}$ ) TERHADAP PROSES EKSTRAKSI LITHIUM PADA LUMPUR SIDOARJO MENGUNAKAN METODE HIDROMETALURGI.**

Muhammad Iqbal Muharrom

NRP 02511440000078

Dosen Pembimbing

Lukman Noerochim ST, MSc.Eng, Ph.D

Vania Mitha Pratiwi, S.T, M.T.

Departemen Teknik Material

Fakultas Teknologi Industri

Institut Teknologi Sepuluh Nopember

Surabaya

2018

*(Halaman ini sengaja dikosongkan)*



TUGAS AKHIR - TL141584

**ANALISIS PENGARUH VARIASI LARUTAN  
ASAM ( $\text{HNO}_3$ ,  $\text{H}_2\text{SO}_4$ ,  $\text{HCl}$ ) TERHADAP PROSES  
EKSTRAKSI LITHIUM PADA LUMPUR  
SIDOARJO MENGGUNAKAN METODE  
HIDROMETALURGI.**

Muhammad Iqbal Muharrom  
NRP 02511440000078

Dosen Pembimbing  
Lukman Noerochim ST, MSc.Eng, Ph.D  
Vania Mitha Pratiwi, S.T, M.T.

Departemen Teknik Material  
Fakultas Teknologi Industri  
Institut Teknologi Sepuluh Nopember  
Surabaya  
2018

*(Halaman ini sengaja dikosongkan)*



**FINAL PROJECT - TL141584**

**ANALYSIS THE INFLUENCE OF VARIATION  
ACID ( $\text{HNO}_3$ ,  $\text{H}_2\text{SO}_4$ ,  $\text{HCl}$ ) TO LITHIUM  
EXTRACTION PROCESS IN SIDOARJO MUD  
USING HYDROMETALLURGY METHOD.**

Muhammad Iqbal Muharrom  
NRP 02511440000078

Advisor :  
Lukman Noerochim ST, MSc.Eng, Ph.D  
Vania Mitha Pratiwi, S.T, M.T.

Department Of Material Engineering  
Faculty Of Industrial Technology  
Sepuluh Nopember Institute Of Technology  
Surabaya  
2018

*(Halaman ini sengaja dikosongkan)*

**ANALISIS PENGARUH VARIASI LARUTAN ASAM  
( $\text{HNO}_3$ ,  $\text{H}_2\text{SO}_4$ ,  $\text{HCl}$ ) TERHADAP PROSES EKSTRAKSI  
LITHIUM PADA LUMPUR SIDOARJO MENGGUNAKAN  
METODE HIDROMETALURGI.**

**TUGAS AKHIR**

Diajukan untuk memenuhi salah satu syarat  
memperoleh gelar Sarjana Teknik  
pada  
Bidang Studi Metalurgi Ekstraksi  
Program Studi S-1 Departemen Teknik Material  
Fakultas Teknologi Industri  
Institut Teknologi Sepuluh Nopember

Oleh :

Muhammad Iqbal Muharrom  
NRP. 02511440000078

Disetujui oleh Tim Penguji Tugas Akhir :

Lukman Noerochim, ST, MSc.Eng, Ph.D. (Pembimbing I)

Vania Mitha Pratiwi, S.T. (Pembimbing II)



*(Halaman ini sengaja dikosongkan)*



# **ANALISIS PENGARUH VARIASI LARUTAN ASAM (HNO<sub>3</sub>, H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, HCl) TERHADAP PROSES EKSTRAKSI LITHIUM PADA LUMPUR SIDOARJO MENGUNAKAN METODE HIDROMETALURGI.**

**Nama Mahasiswa : Muhammad Iqbal Muharrom**

**NRP : 02511440000078**

**Departemen : Teknik Material**

**Pembimbing I : Lukman Noerochim, ST, MSc.Eng, Ph.D**

**Pembimbing II : Vania Mitha Pratiwi, S.T., M.T.**

## **ABSTRAK**

*Lithium* merupakan suatu mineral yang banyak digunakan pada pembuatan baterai yang dapat di isi ulang (*rechargeable*). Salah satu sumber *lithium* adalah berasal dari *geothermal* atau fluida yang keluar dari dalam bumi, di Indonesia terdapat sumber *lithium geothermal* yaitu lumpur lapindo Sidoarjo. Pada penelitian ini dilakukan proses ekstraksi *lithium* melalui metode hidrometalurgi dengan variasi larutan asam (HNO<sub>3</sub>, H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, HCl) untuk mengetahui pengaruhnya terhadap morfologi padatan yang terbentuk dan efisiensi pada proses ekstraksi. Proses ekstraksi ini dilakukan dengan proses *milling* dengan *ball mill* selama 3 jam kemudian dikalsinasi dengan *furnace* pada temperatur 700°C selama satu jam, kemudian melakukan penambahan NaOH sebanyak 200ml pada lumpur kering sidoarjo. Setelah proses pencampuran hingga menjadi *slurry*, dilakukan *leaching* dengan variasi asam (HNO<sub>3</sub>, H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, HCl), penambahan Ca(OH)<sub>2</sub>, dan Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>. Dari pengujian XRD menunjukkan terbentuknya Li<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> dengan intensitas tertinggi yaitu pada peak posisi 2θ 29,47° intensitasnya 1000 pada variabel lautan asam HNO<sub>3</sub>. Pada saat setelah ekstraksi didapatkan morfologi kristal yang berbeda dengan senyawa *lithium* yang berbeda juga hal ini dikarenakan pada kadar penambahan reaktan

$\text{Na}_2\text{CO}_3$ . Nilai efektifitas reaksi tertinggi pada variabel HCl yaitu 0,093 ppm, kedua  $\text{HNO}_3$  0,022 ppm dan ketiga  $\text{H}_2\text{SO}_4$  0,013 ppm, sedangkan nilai efisiensi ekstraksi tertinggi terdapat pada variabel  $\text{H}_2\text{SO}_4$  yaitu 69%, kedua  $\text{HNO}_3$  yaitu 64% dan ketiga HCl yaitu 54%. Hal ini dikarenakan nilai keasaman larutan, potensial reduksi dan energi bebas gibs senyawa lithium yang terbentuk pada tiap variabel.

***Kata kunci: Hidrometalurgi, Lithium, Lumpur Sidoarjo, Asam***

# **ANALYSIS THE INFLUENCE OF VARIATION ACID ( $\text{HNO}_3$ , $\text{H}_2\text{SO}_4$ , $\text{HCl}$ ) TO LITHIUM EXTRACTION PROCESS IN SIDOARJO MUD USING HYDROMETALLURGY METHOD.**

**Name** : Muhammad Iqbal Muharrom  
**NRP** : 02511440000078  
**Departemen** : Teknik Material  
**Advisor I** : Lukman Noerochim, ST, MSc.Eng, Ph.D  
**Advisor II** : Vania Mitha Pratiwi, S.T., M.T.

## **ABSTRACT**

Lithium is a mineral that used widely in rechargeable batteries. One source of lithium is derived from geothermal or fluid out of the earth, in Indonesia there is a source of lithium geothermal Sidoarjo's Dry Mud. In this research, Lithium extraction process is done through Hydrometallurgy method with acid solution variation to know its effect on morphology and efficiency in extraction process. Acid solution is done with variations of  $\text{HNO}_3$ ,  $\text{H}_2\text{SO}_4$ ,  $\text{HCl}$ . This extraction process is carried out by milling with ball mill for 3 hours and roasting  $700^\circ\text{C}$  for 1 hours, next mixing 200m  $\text{NaOH}$  and Sidoarjo's Dry Mud. After mixing the slurry, leaching with acid variation  $\text{HNO}_3$ ,  $\text{H}_2\text{SO}_4$ ,  $\text{HCl}$ , then  $\text{Ca}(\text{OH})_2$ , and  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  are added. From the XRD results, the formation of  $\text{Li}_2\text{CO}_3$  with the highest intensity that is at peak position  $2\theta$   $29,47^\circ$  with intensity of 1000 at variabel  $\text{HNO}_3$  acid solution. At the time after extraction, morphology obtain the different crystals with different lithium compounds was also due to the addition of  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  reactants. The highest value of reaction effectivity on  $\text{HCl}$  variable is 0.093 ppm, both  $\text{HNO}_3$  0.022 ppm and third  $\text{H}_2\text{SO}_4$  0.013 ppm, while

the highest extraction efficiency value is in  $\text{H}_2\text{SO}_4$  variable is 69%, both  $\text{HNO}_3$  is 64% and third  $\text{HCl}$  is 54%. This is due to the acidity value of the solution, the reduction potential and the lithium-free Gibbs free energy formed on each variable.

**Keywords: Hydrometallurgy, Lithium, Acid, Sidoarjo's Mud**

## KATA PENGANTAR

Puji syukur kehadiran Allah SWT, karena berkat rahmat dan hidayah-Nya, tidak lupa shalawat serta salam penulis panjatkan kepada Nabi Muhammad SAW sehingga penulis diberi kesempatan untuk menyelesaikan tugas akhir. Tugas akhir ditujukan untuk memenuhi mata kuliah wajib yang harus diambil oleh mahasiswa Departemen Teknik Material Fakultas Teknologi Industri Institut Teknologi Sepuluh Nopember (ITS), penulis telah menyelesaikan laporan tugas akhir yang berjudul **“Analisis Pengaruh Variasi Larutan Asam ( $\text{HNO}_3$ ,  $\text{H}_2\text{SO}_4$ ,  $\text{HCl}$ ) Terhadap Proses Ekstraksi Lithium Pada Lumpur Sidoarjo Menggunakan Metode Hidrometalurgi”**. Penulis ingin berterima kasih juga kepada :

1. Allah SWT atas karunia, rahmat, dan hidayah-Nya sehingga penulis dapat menyelesaikan tugas akhir dengan lancar.
2. Kedua Orang Tua, yang telah mendukung secara moril maupun materil serta doa yang selalu dipanjatkan demi kesehatan, keselamatan dan kelancaran anaknya dalam menempuh studi.
3. Bapak Dr. Agung Purniawan, S.T, M.Eng., selaku Ketua Departemen Teknik Material FTI-ITS.
4. Bapak Lukman Noerochim, ST, MSc.Eng, Ph.D. dan Ibu Vania Mitha Pratiwi, S.T., M.T. selaku dosen pembimbing tugas akhir yang telah memberikan bekal ilmu yang sangat bermanfaat.
5. Seluruh dosen dan karyawan Departemen Teknik Material FTI-ITS.
6. Dan seluruh pihak yang telah memberikan support dalam tugas akhir ini.

Penulis menyadari bahwa dalam penulisan ini masih jauh dari kesempurnaan, Hal ini dikarenakan adanya keterbatasan kemampuan penulis dalam penyusunan laporan ini. Untuk itu, saran dan kritik yang membangun sangat diharapkan untuk

menjadi evaluasi selanjutnya. Demikian penulis berharap semoga laporan ini dapat memberikan manfaat yang sebesar-besarnya khususnya bagi sesama mahasiswa yang menggeluti bidang studi metalurgi ekstraksi.

Surabaya, 10 Juli 2018

Penulis,  
Muhammad Iqbal Muharrom

## DAFTAR ISI

<b>HALAMAN JUDUL .....</b>	<b>i</b>
<b>LEMBAR PENGESAHAN .....</b>	<b>v</b>
<b>ABSTRAK .....</b>	<b>vii</b>
<b>KATA PENGANTAR.....</b>	<b>xi</b>
<b>DAFTAR ISI .....</b>	<b>xiii</b>
<b>DAFTAR GAMBAR .....</b>	<b>xv</b>
<b>DAFTAR TABEL .....</b>	<b>xvii</b>
<b>BAB I PENDAHULUAN</b>	
1.1 Latar Belakang .....	1
1.2 Rumusan Masalah .....	3
1.3 Batasan Masalah .....	3
1.4 Tujuan Penelitian .....	3
1.5 Manfaat Penelitian .....	4
<b>BAB II TINJAUAN PUSTAKA</b>	
2.1 Lithium .....	5
2.1.1 Sumber Lithium .....	8
2.1.2 Lumpur Sidoarjo .....	11
2.2 Proses Produksi Lithium .....	11
2.3 Pemrosesan Lithium dari Brines .....	13
2.3.1 Elektrolisis .....	13
2.3.2 Sulfur Dioxide Roast-Water Leach .....	14
2.3.3 Adsorpsi .....	16
2.4 Hidrometallurgi.....	20
2.5 Asam Kuat .....	21
2.5.1 Asam Klorida (HCl).....	21
2.5.2 Asam Sulfat (H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> ).....	23
2.5.3 Asam Nitrat (HNO <sub>3</sub> ).....	24
2.6 Standart Potensial Reduksi.....	25
2.7 Energi Bebas Gibbs.....	29
2.8 Pemrosesan Lithium Berbahan Dasar Lumpur .....	30

2.9	Proses Ekstraksi $\text{Li}_2\text{CO}_3$ .....	32
2.10	Penelitian Sebelumnya .....	34
<b>BAB III METODE PENELITIAN</b>		
3.1	Diagram Alir .....	39
3.2	Bahan Penelitian .....	41
3.3	Peralatan Penelitian .....	43
3.4	Pelaksanaan Penelitian .....	45
	3.4.1 Preparasi Lumpur.....	45
	3.4.2 Pembuatan <i>Slurry</i> .....	45
	3.4.3 Oksidasi .....	45
	3.4.4 Leaching .....	46
3.5	Pengujian Penelitian .....	46
	3.5.1 XRD ( <i>X-Ray Diffraction</i> ).....	46
	3.5.2 SEM ( <i>Scanning Electron Microscop</i> ) .....	48
	3.5.3 EDX ( <i>Energy Dispersive X-Ray</i> ) .....	49
	3.5.4 ICP ( <i>Inductively Copled Plasma</i> ).....	50
<b>BAB IV ANALISA DATA DAN PEMBAHASAN</b>		
4.1.	Pengujian XRD.....	53
	4.1.1 Pengujian XRD Sebelum Ekstraksi.....	53
	4.1.2 Pengujian XRD Setelah Ekstraksi .....	54
4.2	Pengujian SEM .....	58
4.3	Pengujian ICP .....	61
	4.3.1 Pengujian ICP Sebelum Ekstraksi.....	61
	4.3.2 Pengujian ICP Setelah Ekstraksi .....	62
	4.3.3 Efisiensi Proses Ekstrasi .....	63
<b>BAB V KESIMPULAN DAN SARAN</b>		
5.1	Kesimpulan .....	65
5.2	Saran .....	65
<b>DAFTAR PUSTAKA .....</b>		<b>xix</b>
<b>LAMPIRAN.....</b>		<b>xxii</b>
<b>BIODATA PENULIS.....</b>		<b>xli</b>



## DAFTAR GAMBAR

<b>Gambar 2.1.</b>	Logam <i>lithium</i> (a) berbentuk mineral (b) murni dalam penyimpanan ..... 6
<b>Gambar 2.2.</b>	(a) Total produksi <i>Lithium</i> dan (b) pemanfaatan <i>lithium</i> ..... 7
<b>Gambar 2.3.</b>	Pengolahan <i>lithium</i> dengan sumber fluida <i>Geothermal</i> ..... 10
<b>Gambar 2.4.</b>	Hasil pengujian XRD dari sampel Lumpur Sidoarjo yang belum diekstraksi. .... 11
<b>Gambar 2.5.</b>	Skema diagram dari sel elektrolisis untuk <i>recovery Lithium</i> yang menggunakan $\text{LiFeO}_4$ dan $\text{FePO}_4$ sebagai elektroda ..... 14
<b>Gambar 2.6.</b>	Hasil SEM $\text{Li}_2\text{CO}_3$ yang terbentuk ..... 15
<b>Gambar 2.7.</b>	Hasil SEM $\text{Li}_2\text{O}$ yang terbentuk ..... 16
<b>Gambar 2.8.</b>	Hasil SEM $\text{LiNaCO}_3$ ..... 16
<b>Gambar 2.9.</b>	Diagram fasa dari <i>Lithium</i> mangan oksida serta produk <i>delithiated</i> ..... 19
<b>Gambar 2.10.</b>	Struktur kristal dari <i>Lithium</i> mangan oksida spinel ..... 19
<b>Gambar 2.11.</b>	Pengaruh konsentrasi asam sulfat terhadap ekstraksi Mo, Co dan Al ..... 34
<b>Gambar 2.12.</b>	Rasio kobalt, litium dan tembaga sisa baterai dengan 3M $\text{H}_2\text{SO}_4$ pada suhu 70°C. .... 35
<b>Gambar 2.13.</b>	Pengaruh konsentrasi asam nitrat terhadap ekstraksi Mo, Co dan Al ..... 36
<b>Gambar 2.14.</b>	Grafik kelarutan Litihium dengan asam nitrat pada berbagai konsentrasi ..... 36
<b>Gambar 3.1.</b>	Diagram Alir Penelitian ..... 39
<b>Gambar 3.2.</b>	Bahan Penelitian (a) $\text{H}_2\text{SO}_4$ , $\text{HNO}_3$ , $\text{HCl}$ (b) $\text{NaOH}$ (c) $\text{Ca}(\text{OH})_2$ dan $\text{Na}_2\text{CO}_3$ (d) Alkohol. 42
<b>Gambar 3.3.</b>	Alat <i>Ball Mill</i> ..... 43

<b>Gambar 3.4.</b>	<i>Alat Furnace</i> .....	43
<b>Gambar 3.5.</b>	<i>Alat Hot Plate</i> .....	44
<b>Gambar 3.6</b>	Skema kerja X-Ray Diffraction (XRD).....	47
<b>Gambar 3.7.</b>	Alat XRD (X-Ray Diffraction) .....	48
<b>Gambar 3.8.</b>	Alat SEM (Scaning Electron Microscop) .....	49
<b>Gambar 3.9.</b>	ICP (Inductively Coupled Plasma).....	50
<b>Gambar 4.1.</b>	Hasil pengujian XRD dari sampel Lumpur Sidoarjo sebelum diekstraksi .....	53
<b>Gambar 4.2.</b>	Hasil ekstraksi dengan larutan asam $\text{HNO}_3$ ....	54
<b>Gambar 4.3.</b>	Hasil ekstraksi dengan larutan asam $\text{H}_2\text{SO}_4$ ...	55
<b>Gambar 4.4.</b>	Hasil ekstraksi dengan larutan asam $\text{HCl}$ .....	57
<b>Gambar 4.5.</b>	Hasil pengujian XRD dengan larutan asam $\text{HNO}_3$ dengan XRD $\text{Li}_2\text{CO}_3$ .....	58
<b>Gambar 4.6.</b>	Morfologi serbuk dari ekstraksi Lumpur Sidoarjo dengan larutan asam $\text{HNO}_3$ .....	59
<b>Gambar 4.7.</b>	Morfologi serbuk dari ekstraksi Lumpur Sidoarjo dengan larutan asam $\text{H}_2\text{SO}_4$ .....	60
<b>Gambar 4.8.</b>	Morfologi serbuk dari ekstraksi Lumpur Sidoarjo dengan larutan asam $\text{HCl}$ .....	61
<b>Gambar 4.9.</b>	Pengaruh variabel larutan asam pada efisiensi	63

## DAFTAR TABEL

<b>Tabel 2.1</b>	<i>Lithium Properties</i> .....	6
<b>Tabel 2.2.</b>	Faktor konversi untuk mengubah tingkatan senyawa <i>lithium</i> menjadi tingkatan logam <i>lithium</i> .....	8
<b>Tabel 2.3.</b>	<i>Recovery Lithium</i> dari metode adsorbsi yang menggunakan adsorben.....	17
<b>Tabel 2.4.</b>	Sifat fisis asam klorida.....	22
<b>Tabel 2.5.</b>	Nilai standar potensial elektroda ( <i>half cell</i> )....	26
<b>Tabel 2.6.</b>	Energi bebas Gibbs senyawa <i>lithium</i> .....	30
<b>Tabel 2.7.</b>	Hasil pengolahan dan penelitian menggunakan lumpur.....	31
<b>Tabel 4.1.</b>	Uji ICP dari hasil ekstraksi .....	62
<b>Tabel 4.2.</b>	Total Li pada hasil ekstraksi .....	62
<b>Tabel 4.3.</b>	Effisiensi pada setiap larutan asam .....	63

*(Halaman ini sengaja dikosongkan)*

# BAB I

## PENDAHULUAN

### 1.1. Latar Belakang

Inovasi dalam bidang teknologi telah banyak ditemukan, salah satunya ialah barang-barang elektronik portabel, seperti HP, laptop, kamera, dan lain sebagainya. Baterai sebagai sumber listrik sangat berperan dalam inovasi teknologi tersebut. Salah satu unsur penyusun baterai ialah *lithium*. *Lithium* merupakan salah satu logam yang ringan dan memiliki ketersediaan di alam cukup banyak yaitu sekitar 5.5 juta ton *lithium* di US dan mendekati 34 juta ton di negara lainnya (Jaskula, 2013).

*Lithium* merupakan suatu mineral yang berguna dalam bidang elektronik yang berkaitan dengan hidup manusia, misalnya, dalam pembuatan baterai yang dapat di isi ulang (*rechargeable*). Karena kebutuhan terhadap *Lithium* sebagai bahan elektronik semakin meningkat. Pada tahun 2015, produsen *Lithium* memperkirakan sebanyak 36.000 ton *lithium* digunakan untuk berbagai keperluan yang berkaitan dengan barang elektronik. Angka tersebut naik 15 % dibanding tahun 2013 (Labb e JF dan Daw G, 2013).

Mineral *lithium* merupakan unsur logam alkali yang sangat reaktif. Karena kereaktifannya, *lithium* tidak dapat diperoleh secara bebas di alam, melainkan dalam bentuk senyawa kompleks maupun terlarut dalam air (*Liu X, et. al*, 2014). Sehingga untuk mendapatkan *lithium* murni, kita harus memisahkan terlebih dahulu *lithium* dengan zat-zat pengotor lainnya. *Lithium* dapat diperoleh dari beberapa sumber, mulai dari batu-batuan berapi hingga dari sumber mineral seperti (*spodumene*) serta *brines* (air asin di bawah permukaan tanah akibat pengeboran panas bumi) dan *blittern* (air laut sisa penguapan garam).

Luas laut Indonesia merupakan potensi yang sangat menguntungkan bagi produsen *lithium*. Sayangnya, belum ada satupun perusahaan di Indonesia yang memproduksi *lithium*. Selain dari hasil kemaritiman, Indonesia juga memiliki Lumpur Sidoarjo yang memiliki potensi sangat besar. Lumpur Sidoarjo



sendiri merupakan bentukan fluida geotermal yang diakibatkan pengeboran panas bumi. Menurut riset yang dilakukan Wataru Tanikawa pada tahun 2011, cairan Lumpur Sidoarjo menunjukkan kandungan *lithium* sebesar 6 ppm (Tanikawa, 2011).

Ada banyak cara untuk mengekstraksi *lithium*. metode-metode yang di gunakan yaitu ekstraksi menggunakan pelarut (*solvent*), teknik deposisi elektrik, metode pertukaran ion dan *recovery*. Penelitian secara terus menerus untuk mendapatkan *lithium*, pada tahun 2014, peneliti Indonesia melakukan penelitian dengan metode *adsorbent lithium* mangan oksida. *Lithium* mangan oksida adalah salah satu senyawa adsorben yang murah, aman dan tidak beracun. Hasil penelitian senyawa *lithium* mangan oksida menunjukkan kemampuan menyerap *lithium* hingga 6,6 mg/g dengan rasio mol Li/Mn 1 (Noerochim, 2014).

Selain metode *adsorbent*, terdapat metode hidrometalurgi yang mengekstraksi *lithium* menjadi bentuk  $\text{Li}_2\text{CO}_3$ . Metode ini menggunakan Lumpur Sidoarjo dalam keadaan kering, berbeda dengan metode *adsorbent* yang menggunakan airnya untuk mengekstrak *lithium*. Adapun tahap tahap di dalam metode hidrometalurgi adalah proses kimia, *roasting* dan *leaching*. Hal ini menjadikan proses hidrometalurgi membutuhkan waktu yang lebih cepat daripada proses *adsorbent* (Eugene dan Mujumdar, 2009).

Adapun pada penelitian sebelumnya dengan teknik hidrometalurgi variasi waktu milling diperoleh peningkatan waktu milling menyebabkan peak  $\text{Li}_2\text{CO}_3$  berkurang, sedangkan fasa yang terbentuk sama. Semakin lama waktu milling, partikel yang terbentuk semakin kecil pada variabel milling 1 jam didapatkan ukuran 72,34 – 1,05  $\mu\text{m}$ , dan paling kecil pada variabel milling 3 jam yaitu 44,05 – 0,29  $\mu\text{m}$ . Pada saat setelah ekstraksi didapatkan morfologi yang terbentuk sama dengan ukuran partikel paling besar pada variabel milling 3 jam yaitu 9,71  $\mu\text{m}$  dan paling kecil pada variabel milling 1 jam yaitu 1,24  $\mu\text{m}$  yang terjadi karena adanya proses aglomerasi

2. Peningkatan waktu milling menyebabkan efisiensi dan jumlah litium yang terekstrak semakin meningkat, dengan efisiensi paling kecil sebesar 40,09% dan



jumlah litium terekstrak 6,409 ppm pada variabel waktu milling 1 jam, dan efisiensi paling tinggi 48,07% dan jumlah litium terekstrak 7,684 ppm pada variabel waktu milling 3 jam. (Mudzakkir, 2017).

Berdasarkan penelitian yang sudah disebutkan diatas terlihat bahwa belum ada penelitian yang membahas terkait pengaruh variasi larutan asam terhadap hasil ekstraksi lithium dengan hidrometalurgi. Maka dari itu pada penelitian ini dilakukan studi pengaruh variasi larutan asam terhadap fasa, morfologi padatan serta efisiensi proses ekstraksi lithium pada lumpur Sidoarjo.

## 1.2. Rumusan Masalah

Penelitian ini memiliki beberapa perumusan masalah yaitu:

1. Bagaimana pengaruh variasi larutan asam ( $\text{HNO}_3$ ,  $\text{H}_2\text{SO}_4$ ,  $\text{HCl}$ ) terhadap fasa dan morfologi padatan yang terbentuk akibat proses hidrometalurgi pada Lumpur Sidoarjo?
2. Bagaimana pengaruh variasi larutan asam ( $\text{HNO}_3$ ,  $\text{H}_2\text{SO}_4$ ,  $\text{HCl}$ ) terhadap efisiensi proses ekstraksi *lithium* pada proses hidrometalurgi dari lumpur Sidoarjo?

## 1.3. Batasan Masalah

Beberapa batasan masalah yang ditetapkan pada penelitian ini bertujuan agar penelitian yang dilakukan tidak melebar, berikut adalah batasan masalah tersebut :

1. Kandungan *lithium* dari sampel lumpur Sidoarjo yang digunakan dianggap homogen.
2. Perubahan temperatur pemanasan saat proses kimia dianggap konstan.

## 1.4. Tujuan Penelitian

Penelitian ini memiliki beberapa tujuan yaitu:

1. Menganalisa pengaruh variasi larutan asam ( $\text{HNO}_3$ ,  $\text{H}_2\text{SO}_4$ ,  $\text{HCl}$ ) terhadap fasa dan morfologi padatan yang



terbentuk akibat proses hidrometalurgi pada Lumpur Sidoarjo

2. Menganalisa pengaruh variasi larutan asam ( $\text{HNO}_3$ ,  $\text{H}_2\text{SO}_4$ ,  $\text{HCl}$ ) terhadap efisiensi proses ekstraksi *lithium* pada proses hidrometalurgi dari Lumpur Sidoarjo

### **1.5. Manfaat Penelitian**

Penelitian ini dapat dijadikan rujukan untuk penelitian selanjutnya untuk meningkatkan hasil *lithium* dari ekstraksi lumpur Sidoarjo menggunakan metode hidrometalurgi. Penelitian ini juga bisa menjadi referensi dalam pembuatan pabrik produsen *lithium* di Indonesia menggunakan metode hidrometalurgi.



## BAB II TINJAUAN PUSTAKA

### 2.1. Lithium

*Lithium* adalah salah satu unsur kimia yang terdapat pada tabel periodik, memiliki lambang Li dan nomor atom 3. Unsur kimia ini termasuk dalam logam alkali berwarna putih perak. Seperti halnya logam alkali lainnya, *lithium* sangat reaktif, mudah terkorosi dengan cepat dan menjadi hitam di udara yang lembap karena mudah terbakar. Oleh karena itu, logam *lithium* biasanya disimpan dalam wadah yang berisi minyak anhidrat **Gambar 2.1** menunjukkan gambar logam lithium dalam bentuk mineral dan ketika dalam penyimpanan. Sifatnya yang reaktif inilah membuat *lithium* tidak pernah berada kondisi bebas di alam dan muncul dalam keadaan ionik. Beberapa sifat fisik *lithium* ditunjukkan pada **Tabel 2.1** (Garrett, 2004; Bale dan Mei, 1989).

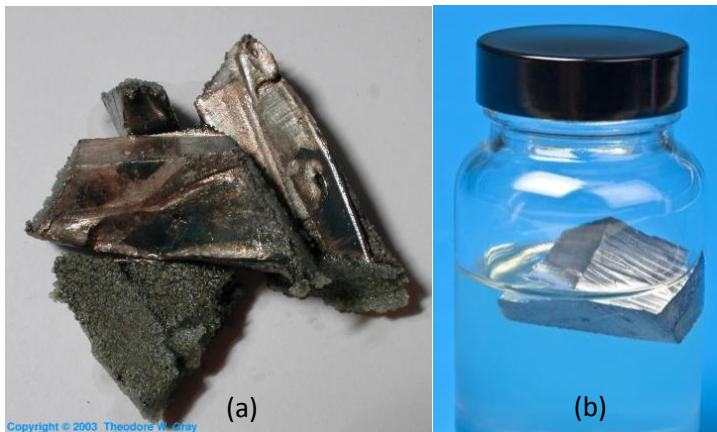
*Lithium* merupakan bahasa Yunani dari kata “lithos” yang berarti batu. *Lithium* pertama kali di temukan oleh Johann Agustus Arfvedson, salah satu mahasiswa Jöns Jakob Berzelius, pada tahun 1817 ketika menganalisis petalite ( $\text{LiAlSi}_4\text{O}_{10}$ ) (Kamiensiki et al., 2005). Dalam keadaan standar, *lithium* adalah logam paling ringan dan juga memiliki massa jenis paling kecil. Sering kali *lithium* ditemukan dalam sebagai batuan *pegmatic*, namun akibat dari solubilitasnya yang tinggi maka *lithium* juga terdapat pada air laut, *brines* dan *fluida geothermal*.

*Lithium* memiliki beberapa aplikasi termasuk sebagai baterai *rechargeable*, kaca tahan panas, paduan ringan dengan kekuatan tinggi pada pesawat dan keramik, secara terperinci dapat dilihat pada **Gambar 2.2** yang dibuat oleh Brian W. Jaskula (*Labbe e JF dan Daw G, 2013*) untuk estimasi penggunaan *lithium* pada tahun 2014. Jaskula mengatakan bahwa penggunaan *lithium* pada baterai semakin meningkat secara signifikan pada beberapa tahun terakhir dikarenakan baterai *lithium rechargeable* yang semakin banyak digunakan pada peralatan elektronik *portable*, terutama pada *smartphone* dan laptop.

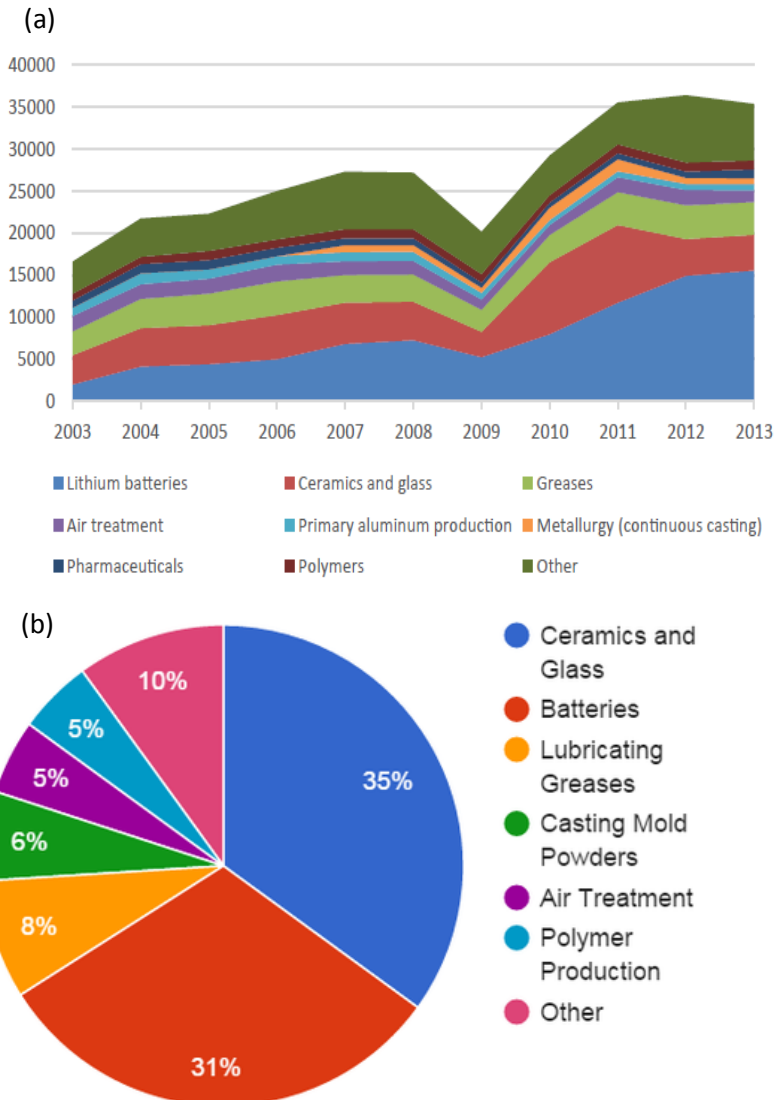


**Tabel 2.1** *Lithium Properties* (Hanford, 1978)

Nama	<i>Lithium</i>
Symbol	Li
Atomic Number	3
Atomic weight	6,941
Isotopes	Li-6 ; Li7
Boiling Point	1347 °C
Melting Point	180.54 °C
Heat of Vaporization	4680 cal/g
Heat of Fusion	103.2cal/g
Cube Edge Length of Unit Cell	3.51 Å
Number of Atoms Exposed upon Immersion in Water of 1 cm Unit Cube	$26.1 \times 10^{14}$



**Gambar 2. 1** Logam *lithium* (a) berbentuk mineral (b) murni dalam penyimpanan (Theodore W. Gray, 2003)



**Gambar 2.2** (a) Total produksi *Lithium* dan (b) pemanfaatan *lithium* (Jaskula, 2013)



### 2.1.1. Sumber Lithium

*Lithium* merupakan unsur yang secara luas dapat ditemukan di sebagian batuan, tanah dan sumber air alam. Diperkirakan jumlah rata rata *lithium* di kerak bumi sebesar 20 ppm; air laut sebesar 0.18 ppm.

Dalam air laut atau *brines*, *lithium* terbentuk dengan senyawa  $\text{LiCl}$ . Selain itu, *lithium* juga dapat ditemukan pada fluida *geothermal*. Pada tahun 2013 Jaskula mengestimasi bahwa terdapat 13,5 miliar ton cadangan *lithium* diseluruh dunia. Dengan cadangan terbesar berada di Chili dengan jumlah 7,5 miliar ton dan sisanya berada pada China, Amerika, Canada dan negara -negara lain.

Beberapa contoh mineral *lithium* yaitu :

- *Eucryptite*  $[\text{LiAlSiO}_4]$ , 12%  $\text{LiO}_2$
- *Triphylite*  $[\text{Li}(\text{Fe},\text{Mn})\text{PO}_4]$ , 9.5%  $\text{LiO}_2$
- *Lithiophilite*  $[\text{Li}(\text{Mn},\text{Fe})\text{PO}_4]$ , 9.5%  $\text{LiO}_2$
- *Spodumene*  $[\text{LiAl}(\text{SiO}_3)_2]$  8.02% of  $\text{LiO}_2$
- *Amblygonite*  $[\text{LiAl}(\text{F},\text{OH})\text{PO}_4]$ , 7.4% of  $\text{LiO}_2$

Terdapat juga beberapa senyawa dari *lithium* beserta kandungan logamnya yang dapat dilihat pada **Tabel 2.2**.

**Tabel 2.2** Faktor konversi untuk mengubah tingkatan senyawa *lithium* menjadi tingkatan logam *lithium*  
(*Lithium Process Chemistry*, 2015)

Nama	Rumus Kimia	Kandungan Logam Li (%)
<i>Lithium metal</i>	$\text{Li}$	100
<i>Lithium carbonate</i>	$\text{Li}_2\text{CO}_3$	18,79
<i>Lithium oxide</i>	$\text{Li}_2\text{O}$	46,46
<i>Lithium hydroxite</i>	$\text{LiOH}$	28,98
<i>Spodumene</i>	$\text{LiAlSi}_2\text{O}_6$	3,73
<i>Petalite</i>	$\text{LiAlSi}_4\text{O}_{10}$	2,27
<i>Lepidolite</i>	$\text{KLi}_2\text{AlSi}_3\text{O}_{10}(\text{OH},\text{F})_2$	1,92
<i>Lithium chloride</i>	$\text{LiCl}$	16,37
<i>Lithium bromide</i>	$\text{LiBr}$	7,99
<i>Butyllithium</i>	$\text{C}_4\text{H}_9\text{Li}$	10,84



Karena konsentrasi yang relatif tinggi *Lithium* juga terjadi pada sedimen tanah seperti *clays*. Salah satu clay ini adalah *hektorit* ( $\text{Na}_{0.33} [\text{Mg}, \text{Li}]_3 \text{Si}_4 \text{O}_{10} [\text{F}, \text{OH}]_2$ ) yang mengandung 0,7-1,3%  $\text{Li}_2\text{O}$  dan ditemukan dekat Hector California (Averill dan Olson, 1977). deposito *lithium* tanah liat besar ditemukan di Nevada, California, Utah, Oregon, Wyoming, Arizona dan New Mexico (Garrett, 2004; Hamzaoui et al, 2003.). Sumber *clay* adalah *micaceous waste clay* di China, *Montmorillonite* di Egyptian. Meskipun *clays* adalah sumber penting ketiga *lithium*, hingga saat ini tidak ada produsen atau perusahaan yang memproduksi *lithium* secara komersial dari *clays* karena ekstraksi *clays* dianggap kurang ekonomis dibandingkan dengan mineral dan *brines* atau air asin (Buyukburc et al, 2006;. Averill dan Olson, 1977).

Sumber lain *Lithium* adalah fluida *Geothermal*. Fluida *geothermal* merupakan air dan uap panas yang bereaksi dengan bebatuan didalam kerak bumi sehingga memiliki kandungan mineral. Kandungan pada fluida *geothermal* sendiri bermacam-macam. Hal ini tergantung karena bebatuan kerak bumi yang dipengaruhi oleh *temperature* dari dalam bumi.

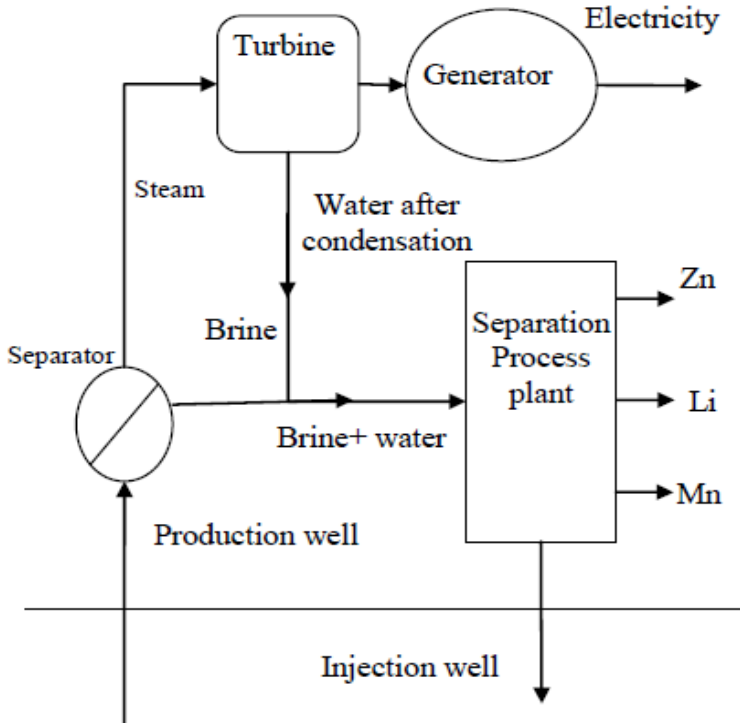
Sering kali, fluida *Geothermal* memiliki kandungan *lithium* yang cukup tinggi sehingga berpotensi sebagai sumber *lithium* alternatif (Bakane, 2013). Hingga sekarang pengolahan *lithium* dari sumber fluida *Geothermal* belum dilakukan secara kormesil.

Namun, ada beberapa peneliti telah memberikan rencana dalam pengolahan *lithium* fluida *Geothermal*. Salah satunya Harrison (2010) dengan memanfaatkan pembangkit listrik tenaga panas bumi (menggunakan fluida *Geothermal* sebagai sumber energi). Sumur produksi yang menghasilkan fluida *Geothermal* digunakan untuk memutar turbin bisa diolah terlebih dahulu agar didapatkan kandungan *lithium*nya sebelum dimasukkan lagi kedalam bumi seperti ditunjukan pada **Gambar 2.3**.

Di Indonesia ada beberapa fenomena fluida *Geothermal*. Salah satunya adalah Lumpur Sidoarjo, fluida *Geothermal* yang tercampur oleh tanah dan bebatuan, terjadi sejak tahun 2006 hingga kini. Fenomena ini menimbulkan kerugian yang sangat besar, dari



perindustrian serta pemukiman penduduk harus dipindahkan. Pada tahun 2011 debit lumpur yang dikeluarkan mencapai  $10.000\text{m}^3/\text{hari}$ , dan semburan ini akan terjadi hingga 25-30 tahun lagi (Davies, 2011).



**Gambar 2.3** Pengolahan *lithium* dengan sumber fluida *Geothermal* (Harrison, 2010)

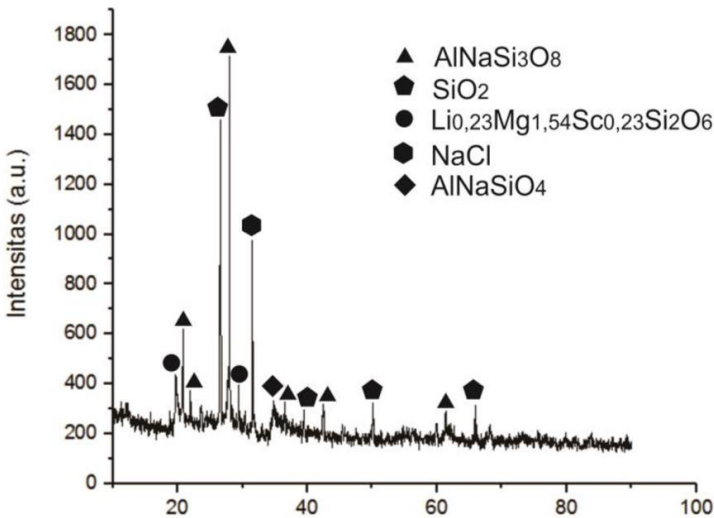
Meskipun menimbulkan kerugian yang sangat besar, menurut hasil penelitian Wataru Tanikawa (2011) menunjukkan kandungan *lithium* yang cukup tinggi, sebesar 5 ppm(mg/L) terdapat di Lumpur Sidoarjo.

Dengan perhitungan antara debit Lumpur Lapindo dengan kandungan *lithium* dari lumpur, paling tidak dalam satu hari



terdapat 50 kg *lithium* yang dikeluarkan dari Lumpur Sidoarjo. Hal ini diamsusikan bahwa debit Lumpur Lapindo dan kandungan *lithium* yang konstan dalam satu tahun, sehingga Lumpur Sidoarjo dapat menghasilkan *lithium* sampai sebanyak 18 ton/tahun.

### 2.1.2. Lumpur Sidoarjo



**Gambar 2.4** Hasil pengujian XRD dari sample Lumpur Sidoarjo yang belum diekstraksi.

Pada hasil pengujian XRD tersebut, ditemukan senyawa  $\text{AlNaSiO}_8$ ;  $\text{SiO}_2$ ;  $\text{Li}_{0,23}\text{Mg}_{1,54}\text{Sc}_{0,23}\text{Si}_2\text{O}_6$ ;  $\text{AlNaSiO}_4$ ;  $\text{NaCl}$ . Senyawa tersebut mirip dengan senyawa lumpur hektorit dan montmorillonit seperti yang tertera pada **Gambar 2.4**. (Harris E. Kluksdahl, 1986)

## 2.2. Proses Ekstraksi Lithium

*Lithium* merupakan logam alkali, sangat reaktif. Karena sifatnya yang reaktif, logam *lithium* di alam tidak terdapat secara bebas, sehingga logam ini harus dipisahkan terlebih dahulu dari



sumber-sumber yang mengandung logam *lithium*. *Lithium* biasanya terdapat pada batu-batuan berapi dan pada sumber-sumber mineral. *Lithium* yang diekstraksi dari biji *lithium* pada umumnya memerlukan proses *recovery* kimiawi dengan energi intensif yang mahal. Selain dari biji *lithium*, terdapat sumber alternatif *lithium* yaitu dari *clay* dan air yang memiliki kandungan garam seperti sumber *geothermal* berupa *brine* (air asin di bawah permukaan tanah akibat pengeboran panas bumi) dan air laut sisa penguapan (*bittern*) (Risa, dkk. 2012).

Metode ekstraksi mineral biasa tidak dapat digunakan dalam ekstraksi *lithium* karena alasan berikut (Habashi, 1997):

- Tidak dapat diisolasi dengan pengurangan oksida atau senyawa lain, karena merupakan reduktor yang sangat kuat.
- Logam alkali tidak dapat diekstraksi dari bijih dengan elektrolisis dalam larutan, logam yang terbentuk akan segera bereaksi dengan air memberikan hidroksida sebagai gantinya.
- *Lithium* dan semua logam alkali lainnya bereaksi hebat dengan air, mereka membakar atau bahkan meledak. logam ini tidak dapat dibuat dari setiap larutan garam dengan metode perpindahan normal.

Ada banyak cara untuk mengekstrak *lithium*, tergantung dari bahan apa yang akan digunakan. Untuk bahan yang berasal dari larutan atau *brines*, terdapat metode seperti *electrolysis*, *adsorption*, *ion exchange* dan *solvent*.

Untuk *ores* yang mengandung *lithium* juga berbeda dalam mengekstraksi *lithium*. Metode yang biasanya digunakan tergantung dengan jenis *ores*nya. Biasanya *ores* yang mengandung *lithium* ini seperti *Spodumene*, *Lepidolite*, *Zinnwaldite*, *Amblygonite* dan *Petalite*. Selain dari *ores* dan larutan, *lithium* biasanya terdapat dalam *clays* atau lumpur. *Lithium* yang terkandung dalam *clays* akan digunakan metode *multiple reagent-roast water leach*, *sulfur dioxide roast-water leach*, *HCL roast-water leach* dan *limestone-gypsum roast-water leach* (Habashi, 1997).





### 2.3. Pemrosesan *Lithium* dari *Brines*

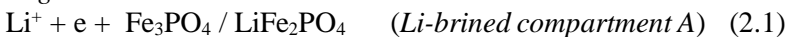
*Recovery Lithium* merupakan pemurnian Li dari *brines* atau air asin yang tujuan utamanya untuk mengurangi waktu yang dibutuhkan *concentrating* Li dari w1% di *brines* menjadi w6% Li. Pengumuman teknologi baru untuk *recovery brines* yang telah dikembangkan oleh *Korean steel maker Posco at its Research Institute of Industrial Science and Technology (RIST)* ternyata menghasilkan Li yang sangat melimpah, sehingga metode ini diharapkan dapat memperbaiki metode *recovery* Li yang telah ada. RIST telah mengembangkan teknologi baru ini sejak 2012 dan mulai bekerja pada Juni 2014 pada demonstrasi beroperasi penuh di Argentina, mampu menghasilkan 200 tpa Li dengan produksi penuh diharapkan datang *on line* pada tahun 2016 (Lee, dkk. 2013).

#### 2.3.1. Elektrolisis

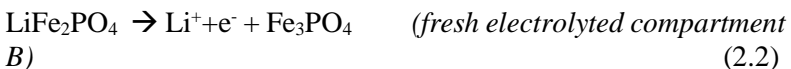
Sebuah teknik baru ditemukan berdasarkan sel elektrolit yang bergantung pada penggunaan *anionic selective membrane* untuk secara tidak langsung mentransfer Li yang dihasilkan dari elektroda  $\text{LiFe}_3\text{PO}_4$  yang secara selektif menjadi  $\text{Fe}_3\text{PO}_4$ . Skema diagram ini menunjukkan kemungkinan aplikasi dari sel ini untuk *selectively recover* Li dari *brines* sel ini untuk selektif pulih Li dari air asin ditunjukkan pada **Gambar 2.5**

Reaksi redoks yang terlibat adalah :

*Negative electrode: Reduction / Interkalasi*



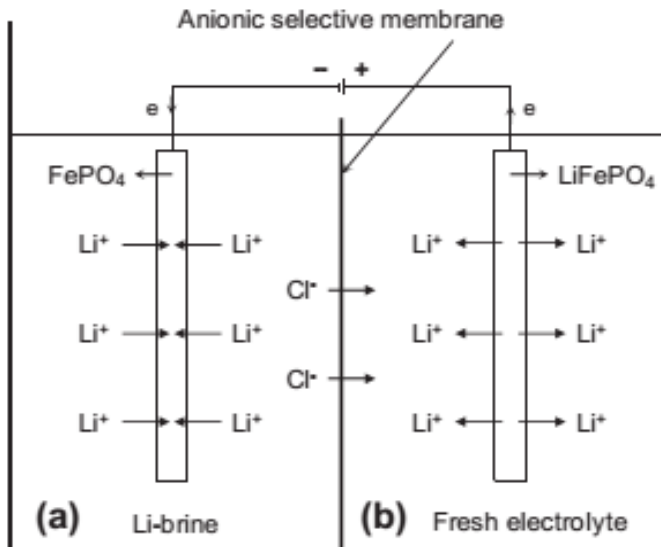
*Positive electrode: Oxidation / Deinterkalasi*



Ketika arus melewati sel ini, ion Li dari Li yang mengandung air garam (kompartemen A) mulai terinterkalasi ke  $\text{FeSO}_4$  pada elektroda negatif (proses reduksi). Pada saat yang sama, Li ion mulai “deinterkalasi” dari  $\text{LiFePO}_4$  di elektroda positif (proses oksidasi) di kompartemen B dari sel.



Proses ini dapat *voltage-controlled* yang berguna untuk meminimalisasi ion Na dan Mg yang berpartisipasi dalam proses pemindahan Li. Ketika elektroda di A penuh dengan Li, maka  $\text{Fe}_3\text{PO}_4$  akan diganti dengan  $\text{LiFePO}_4$  yang baru agar proses dapat berlanjut. Akibatnya, Li akan berpindah dari (A) dan akan terkonsentrasi di elektrolit murni (B). Teknik ini merupakan kebalikan dari kegunaan elektrolisis untuk *water desalination* sebagai elektrolit yang terkonsentrasi dalam teknik ini. Teknik ini juga dapat digunakan untuk pertukaran ion Li dari elektrolit (B) yang mengandung Li.



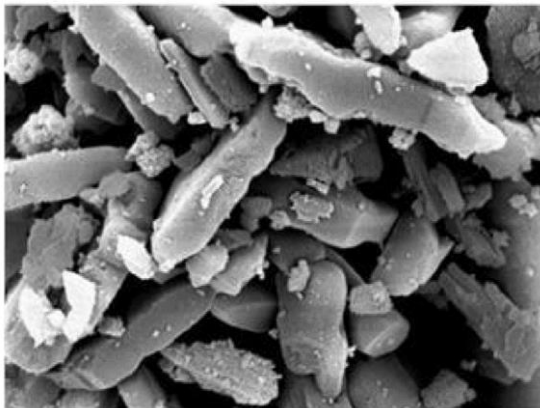
**Gambar 2.5** Skema diagram dari sel elektrolisis untuk *recovery Lithium* yang menggunakan  $\text{LiFeO}_4$  dan  $\text{FePO}_4$  sebagai elektroda

### 2.3.2. Sulfur dioxide roast-water leach

Metode ini pernah digunakan dalam proses ekstraksi Li dari lumpur *montmorillonit* dan *hektorit*. Metode ini terdiri dari dua tahap yang melibatkan *pre-treatment* dari lumpur yang dicampur dengan larutan basa yang terdiri dari karbonat atau hidroksida dari

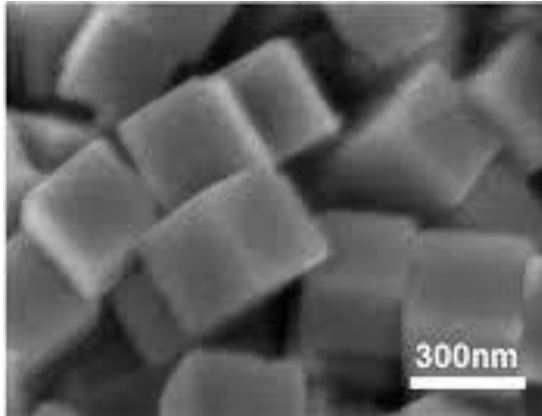


natrium atau kalium, diikuti oleh pencucian asam sulfat. Metode ini telah dipatenkan oleh Kluksdahl. Pada awalnya, *clays* dibuat menjadi *slurry* dengan kaustik di 85° C selama 3 jam. Residu yang diperoleh setelah penyaringan kemudian dicuci dengan 95% H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> pada 85° C selama 3 jam pada pH 1. *Slurry* kemudian dipanaskan pada 100° C selama 5 jam sebelum didinginkan sampai suhu lingkungan. *Recovery slurry* yang pertama dengan kapur dengan pH 7 dan sesudahnya dengan soda ash untuk pH 12 yang berguna untuk memisahkan kotoran. *Leach liquor* yang telah dimurnikan akhirnya berkarbonasi pada suhu tinggi dengan menambahkan soda abu untuk menghasilkan Li<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> dengan hasil SEM pada **Gambar 2.6** (Kluksdahl, 1986).

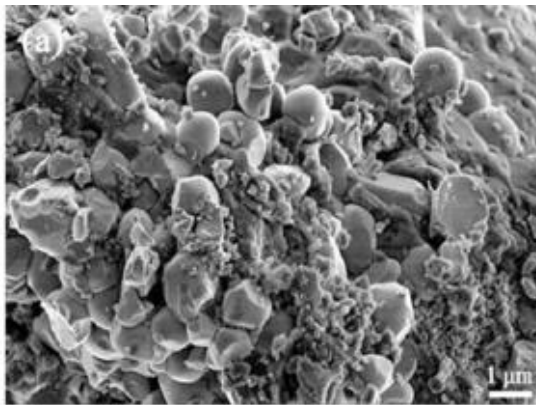


**Gambar 2.6** Hasil SEM Li<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> yang terbentuk

Dresler (1998) pada penelitiannya menyebutkan penambahan Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> selain untuk menghilangkan Ca<sup>2+</sup> juga dimaksudkan untuk membentuk Li<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>, apabila terjadi kekurangan Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>, maka tidak akan terbentuk Li<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> melainkan Li<sub>2</sub>O seperti hasil SEM pada **Gambar 2.7** menunjukkan partikel Li<sub>2</sub>O dengan bentuk partikel kubus (Kyeongse Song, 2015) Sedangkan apabila Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> berlebih akan membentuk LiNaCO<sub>3</sub> dengan hasil SEM pada **Gambar 2.8** (Bin Zhu 2015).



**Gambar 2.7** Hasil SEM  $\text{Li}_2\text{O}$  yang terbentuk



**Gambar 2.8** Hasil SEM  $\text{LiNaCO}_3$  yang terbentuk

### 2.3.3. Adsorpsi

Metode Adsorpsi adalah salah satu cara *recovery lithium* dengan sumber berupa cairan, beberapa peneliti menggunakannya pada *brines* dan air laut, secara garis besar prosesnya ialah menggunakan adsorben inorganik yang dicelupkan pada air



sumber *lithium* dan adsorben tersebut akan menyerap *lithium* dari sumber tersebut.

Di dalam *brines* atau air laut biasanya mengandung Mg, Na, K, dan Ca yang digunakan untuk mengetes apakah ion ion tersebut dapat digunakan sebagai adsorben. Hal ini berguna untuk mengetahui manakah adsorben yang kapasitas dalam mengikat Li paling besar. Ini ditunjukkan dalam **Tabel 2.3**

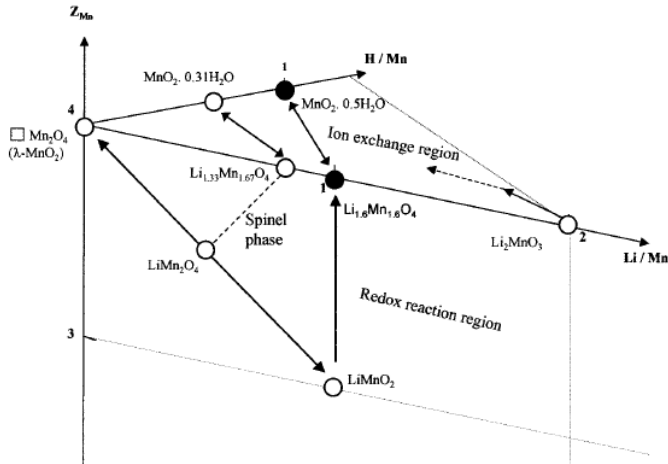
**Tabel 2.3** *Recovery Lithium* dari metode adsorbsi yang menggunakan adsorben. (Chagnes dan Jolanta, 2015)

Bahan	Adsorbsi		
	Adsorben	Extracted (%)	Capacity (mg/g)
<i>Salar de Uyuni brine</i>	$\text{Li}_{0,15}\text{H}_{0,76}\text{Mg}_{0,40}\text{Mn(III)}_{0,08}\text{Mn(IV)}_{1,5}\text{O}_4$ diturunkan dari <i>magnesium-doped LMo</i>	58	23 – 25
	Lembaran $\text{H}_2\text{TiO}_3$ diturunkan dari $\text{Li}_2\text{TiO}_3$	Tidak ditentukan	32
<i>Brine</i>	<i>Nanocrystalline</i> $\text{MnO}_2$ diturunkan dari $\text{LMnO}$	Tidak ditentukan	6,3
	Gel aluminum hidroksida	60	
	Aluminum oksida terhidrasi	90	
Air laut	$\text{H}_{1,6}\text{Mn}_{1,6}\text{O}_4$ diturunkan dari komposit serat nano $\text{Li}_{1,6}\text{Mn}_{1,6}\text{O}_4$	Tidak ditentukan	8,5
	LMo tipe silinder	Tidak ditentukan	15,1
	Bubuk LMo	Tidak ditentukan	27,6
	$\text{H}_{1,39}\text{Li}_{0,01}\text{Mn}_{1,65}\text{O}_4$ diturunkan dari $\text{Li}_{1,57}\text{Mn}_{1,65}\text{O}_4$	76	8

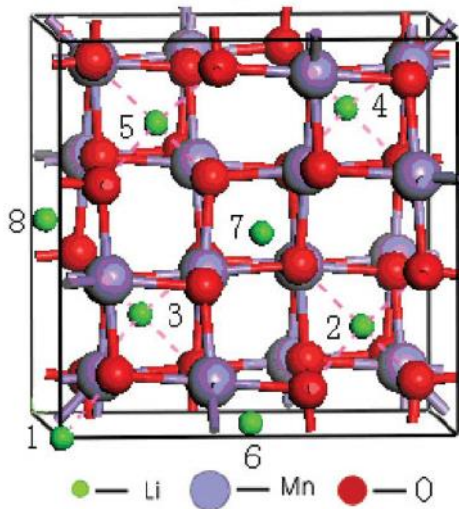


MnO <sub>2</sub> . 0,1Sb <sub>2</sub> O <sub>5</sub> .1,3H <sub>2</sub> O diturunkan dari Li <sub>1,16</sub> Sb(V) <sub>0,29</sub> Mn(III) <sub>0,77</sub> Mn(IV) <sub>0,77</sub> O <sub>4</sub> tipe spinel	28	14
MnO <sub>2</sub> .0,5H <sub>2</sub> O diturunkan dari Li <sub>1,6</sub> Mn <sub>1,6</sub> O <sub>4</sub>	74	37
Busa-ion bola berukuran milimeter diturunkan dari LMo spinel	>95	3,4
<i>Tin antimonate</i>	99	0,4
<i>Titanium antimonate</i>	100	1,25
Granul HMnO diturunkan dari LMo	85	2,9
H <sub>1,6</sub> Mn <sub>1,6</sub> O <sub>4</sub> diturunkan dari Li <sub>1,6</sub> Mn <sub>1,6</sub> O <sub>4</sub>	61	35
<i>Delithiated</i> Li <sub>1,33</sub> Mn <sub>1,67</sub> O <sub>4</sub> tipe membrane	Tidak ditentukan	10,6
HMnO(Mg) diturunkan dari MgMn <sub>2</sub> O <sub>4</sub>	60	4,5

Senyawa yang sering kali diteliti sebagai media adsorben contohnya ialah senyawa berbasis *Lithium* Mangan Oksida, salah satunya LiMn<sub>2</sub>O<sub>4</sub> yang disintesa oleh Chung (2004). Senyawa tersebut termasuk didalam bentuk *Lithium* Mangan Oksida Spinel pada diagram fasa **Gambar 2.9**. Beberapa peneliti seperti Feng (1992) menyebutkan bahwa *Lithium* Mangan Oksida yang berbentuk Spinel seperti **Gambar 2.10** memiliki sifat-sifat yang sangat menguntungkan sebagai adsorben seperti tidak beracun, murah, memiliki stabilitas kimia yang tinggi serta keluar masuknya Li<sup>+</sup> secara topotaktis. Karena beberapa alasan tersebut maka senyawa ini sering digunakan sebagai adsorben inorganik dan juga elektroda baterai.



**Gambar 2.9** Diagram Fasa dari *Lithium* Mangan Oksida serta produk *delithiated*. (Chung, 2004)



**Gambar 2.10** Struktur kristal dari *Lithium* Mangan Oksida Spinel (Feng, 1992)



*Lithium* Mangan Oksida Spinel yang secara formula umum dapat diekspresikan menjadi  $\text{Li}_n\text{Mn}^{2-}\text{O}_4$  ( $1 \leq n \leq 1.33$ ;  $0 \leq x \leq 0.33$ ;  $n \leq 1+x$ ) (Feng, 1992). Atau juga bisa ditulis seperti ini  $(\text{Li})[\text{Li}_x\text{Mn}^{2-}]\text{O}_4$  dimana (Li) menunjukkan 8a tetrahedral *site* dan  $[\text{Li}_x\text{Mn}^{2-}]$  menunjukkan octahedral *sites*, oksigen sendiri akan menjadi rangka berbentuk *cubic closed packed* dalam struktur Spinel *Lithium* Mangan Oksida ini, x bisa diisi dari 0 sampai dengan 0.33 yang dapat membentuk beberapa *Lithium* Mangan Oksida Spinel seperti  $\text{LiMn}_2\text{O}_4$ ,  $\text{Li}_{1.14}\text{Mn}_{1.86}$ ,  $\text{Li}_{1.33}\text{Mn}_{1.67}\text{O}_4$  dan lain lain (Jiang, dkk. 2007).

Namun *Lithium* Mangan Oksida yang memiliki kemampuan menyerap *Lithium* terbaik adalah dengan menggunakan  $\text{Li}_{1.6}\text{Mn}_{1.6}\text{O}_4$  seperti yang dilakukan Chung, dkk (2004). Secara komposisi kimia sebenarnya *Lithium* Mangan Oksida yang disintesa oleh Chung ini sudah menyimpang dari komposisi teoritis struktur Spinel yang seperti saya sebutkan diparagraf sebelumnya. Tapi hasil yang didapat oleh Chung menunjukkan struktur kristal berbentuk Spinel, menurutnya ada beberapa kemungkinan yang dapat menjelaskan fenomena ini, seperti adanya *Lithium* berlebih pada oktahedral *site*  $(\text{Li})_8[\text{Li}_{0.2}]_{16}[\text{Li}_{0.4}\text{Mn}_{1.6}]_{16}\text{O}_4$ . Namun diakuinya juga perlu dilakukan pengujian lebih lanjut misalnya *neutron diffraction analysis* untuk mengetahui secara tepat distribusi *Lithium* pada struktur kristal yang ada. Chitrakar menggunakan metode hidrometalurgi untuk mensintesa  $\text{Li}_{1.6}\text{Mn}_{1.6}\text{O}_4$ , dari penelitiannya tersebut diketahui *Lithium* Mangan Oksida ini memiliki kemampuan *Lithium uptake* sampai 37 mg/g.

## 2.4. Hidrometalurgi

Hidrometalurgi adalah metode untuk memperoleh senyawa dari mineralnya. Ini adalah teknik dalam bidang metalurgi ekstraktif yang melibatkan penggunaan lautan kimia pada proses *recovery* senyawa dari mineral, konsentrat, dan bahan residunya. Teknik pemrosesan kimia logam yang melengkapi hidrometalurgi adalah pyrometalurgy, metalurgi uap dan elektrometalurgi garam cair. Hidrometalurgi pada dasarnya dibagi menjadi tiga tahapan :





Pertama adalah leaching melibatkan penggunaan larutan kimia untuk mengekstrak logam. Kondisi leaching solution bervariasi dalam hal pH, potensi oksidasi reduksi, kehadiran agen chelating dan suhu, untuk mengoptimalkan laju, tingkat dan selektivitas pemisahan komponen logam yang diinginkan ke dalam fase liquid. Melalui penggunaan agen chelating, seseorang dapat mengekstrak logam tertentu secara selektif. Berikutnya purification menggunakan pelarut. Dengan mencampurkan ekstrak dalam pengencer yang digunakan untuk mengekstrak logam dari satu fase ke fase lainnya. Kemudian proses recovery adalah langkah terakhir dalam proses hidrometalurgi. Logam yang dihasilkan sebagai bahan baku langsung diproduksi pada tahap ini. Sebagian lagi diperlukan proses lebih lanjut untuk meningkatkan kemurniannya. Beberapa proses sebagai bentuk recovery adalah elektrolisis, reduksi gas, dan pengendapan. (Namil 2017)

## 2.5. Asam Kuat

Asam kuat adalah asam yang terionisasi 100% dalam air. Asam kuat mempunyai derajat ionisasi sama dengan 1. Derajat ionisasi dihitung berdasarkan jumlah mol yang terurai dibagi dengan jumlah mol mula-mula. Kekuatan asam mengacu pada seberapa mudah suatu asam akan melepaskan atau menyumbangkan proton ke dalam larutan. Semakin kuat asam, maka semakin mudah melepaskan proton.

### 2.5.1. Asam Klorida (HCl)

Hidrogen klorida (HCl) adalah asam monoprotik, yang berarti dapat terdisosiasi (terionisasi) melepaskan satu  $H^+$  (sebuah proton tunggal) hanya sekali. Dalam larutan asam klorida,  $H^+$  ini bergabung dengan molekul air membentuk ion hidronium,  $H_3O^+$ .



Ion lain yang terbentuk adalah ion klorida,  $Cl^-$ . Asam klorida oleh karenanya dapat digunakan untuk membuat garam *klorida*, seperti natrium klorida. Asam klorida adalah asam kuat karena ia terdisosiasi penuh dalam air. Asam monoprotik memiliki satu tetapan disosiasi asam,  $K_a$ , yang mengindikasikan tingkat disosiasi



zat tersebut dalam air. Untuk asam kuat seperti HCl, nilai  $K_a$  adalah  $10^4$ . Asam klorida merupakan asam monoprotik yang sulit mengalami reaksi redoks. Walaupun asam, HCl mengandung ion klorida yang tidak reaktif dan tidak beracun.

Asam klorida dalam konsentrasi menengah memiliki sifat stabil untuk disimpan dan terus mempertahankan konsentrasinya. Asam klorida merupakan reagen pengasam yang sangat baik. Asam klorida merupakan asam pilihan dalam titrasi untuk menentukan jumlah basa. Asam klorida azeotropik ( $\pm 20,2\%$ ) dapat digunakan sebagai standar primer dalam analisis kuantitatif. Asam klorida sering digunakan dalam analisis kimia untuk mereaksikan sampel-sampel analisis. Asam klorida pekat melarutkan banyak jenis logam dan menghasilkan logam klorida dan gas hidrogen. Ia juga bereaksi dengan senyawa dasar semacam kalsium karbonat dan tembaga(II) oksida, menghasilkan klorida terlarut yang dapat dianalisis.

Asam klorida memiliki sifat fisis dapat dilihat pada **Tabel 2.4**, seperti titik didih, titik leleh, massa jenis, dan pH tergantung pada konsentrasi atau molaritas HCl dalam larutan asam tersebut. Sifat-sifat ini berkisar dari larutan dengan konsentrasi HCl mendekati 0% sampai dengan asam klorida berasap 40% HCl

**Tabel 2.4** Sifat Fisis Asam Klorida

Konsentrasi		Massa jenis	Molaritas	Kapasitas kalor jenis	Titik didih	Titik leleh
kg HC l/kg	kg HC l/m <sup>3</sup>	kg/l	mol/d m <sup>3</sup>	kJ/(kg·K)	°C	°C
10%	104,80	1,048	2,87	3,47	103	-18
20%	219,60	1,098	6,02	2,99	108	-59
30%	344,70	1,149	9,45	2,60	90	-52
32%	370,88	1,159	10,17	2,55	84	-43
34%	397,46	1,169	10,90	2,50	71	-36
36%	424,44	1,179	11,64	2,46	61	-30
38%	451,82	1,189	12,39	2,43	48	-26



### 2.5.2. Asam Sulfat ( $\text{H}_2\text{SO}_4$ )

Asam sulfat,  $\text{H}_2\text{SO}_4$ , merupakan asam mineral (anorganik) yang kuat dan larut dalam air. Asam sulfat mempunyai banyak kegunaan dan merupakan salah satu produk utama industri kimia. Asam sulfat dengan kandungan 98% lebih stabil untuk disimpan, dan merupakan bentuk asam sulfat yang umum digunakan. Asam sulfat 98% disebut sebagai asam sulfat pekat. Asam sulfat murni berupa cairan bening seperti minyak,  $\text{H}_2\text{SO}_4$  adalah cairan yang sangat polar. Ia memiliki tetapan dielektrik sekitar 100. Konduktivitas listriknya juga tinggi. Konstanta kesetimbangan autopirolisisnya adalah  $K_{\text{ap}}(25^\circ\text{C}) = [\text{H}_3\text{SO}_4^{+}][\text{HSO}_4^{-}] = 2,7 \times 10^{-4}$ . Dibandingkan dengan konstanta keseimbangan air,  $K_w = 10^{-14}$ , nilai konstanta kesetimbangan autopirolisis asam sulfat  $10^{10}$  (10 triliun) kali lebih kecil. Walaupun asam ini memiliki viskositas yang cukup tinggi, konduktivitas efektif ion  $\text{H}_3\text{SO}_4^{+}$  dan  $\text{HSO}_4^{-}$  tinggi dikarenakan mekanisme ulang alik proton intra molekul, menjadikan asam sulfat sebagai konduktor yang baik dan merupakan pelarut yang baik untuk banyak reaksi.

Jika  $\text{H}_2\text{SO}_4$  bereaksi dengan air terjadi reaksi hidrasi asam sulfat yang sifatnya eksotermik. Selalu tambahkan asam ke dalam air dan jangan terbalik menambahkan air ke dalam asam. Air memiliki massa jenis yang lebih rendah daripada asam sulfat dan cenderung mengapung di atasnya, sehingga apabila air ditambahkan ke dalam asam sulfat pekat, ia akan dapat mendidih dan bereaksi dengan keras. Reaksi yang terjadi adalah pembentukan ion hidronium:



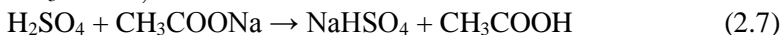
Pada reaksi yang lain asam sulfat bereaksi dengan kebanyakan basa, menghasilkan garam sulfat. Sebagai contoh, garam tembaga tembaga(II) sulfat dibuat dari reaksi antara tembaga(II) oksida dengan asam sulfat:



Asam sulfat juga dapat digunakan untuk mengasamkan garam dan menghasilkan asam yang lebih lemah. Reaksi antara

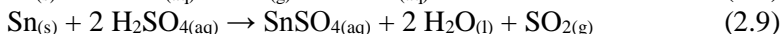
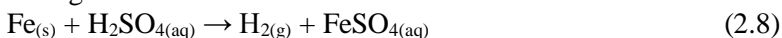


natrium asetat dengan asam sulfat akan menghasilkan asam asetat,  $\text{CH}_3\text{COOH}$ , dan natrium bisulfat:



Hal yang sama juga berlaku apabila mereaksikan asam sulfat dengan kalium nitrat. Reaksi ini akan menghasilkan asam nitrat dan endapat kalium bisulfat. Ketika dikombinasikan dengan asam nitrat, asam sulfat berperilaku sebagai asam sekaligus zat pendehidrasi, membentuk ion nitronium  $\text{NO}^{2+}$ , yang penting dalam reaksi nitrasi yang melibatkan substitusi aromatik elektrofilik.

Asam sulfat juga bereaksi dengan kebanyakan logam dan terjadi reaksi penggantian tunggal, menghasilkan gas hidrogen dan logam sulfat.  $\text{H}_2\text{SO}_4$  encer bereaksi dengan besi, aluminium, seng, mangan, magnesium dan nikel. Namun reaksi dengan timah dan tembaga memerlukan asam sulfat yang panas dan pekat. Timbal dan tungsten tidak bereaksi dengan asam sulfat. Reaksi antara asam sulfat dengan logam biasanya akan menghasilkan hidrogen seperti yang ditunjukkan pada persamaan di bawah ini. Namun reaksi dengan timah akan menghasilkan sulfur dioksida daripada hidrogen.



Hal ini dikarenakan asam pekat panas berperan sebagai oksidator. Sehingga ketika asam pekat panas bereaksi dengan seng, timah, dan tembaga, maka akan menghasilkan garam, air dan sulfur dioksida, pada asam encer yang beraksi dengan logam seperti seng akan menghasilkan garam dan hidrogen.

### **2.5.3. Asam Nitrat ( $\text{HNO}_3$ )**

Asam nitrat adalah larutan asam kuat. Di dalam air, asam ini terdisosiasi menjadi ion-ionnya, yaitu ion nitrat  $\text{NO}_3^-$  dan ion hidronium ( $\text{H}_3\text{O}^+$ ). Garam dari asam nitrat disebut sebagai garam nitrat (contohnya seperti kalsium nitrat atau barium nitrat). Dalam temperatur ruangan, asam nitrat berbentuk uap berwarna merah atau kuning. Asam nitrat murni (100%) merupakan cairan tak berwarna dengan berat jenis  $1.522 \text{ kg/m}^3$ . Asam nitrat membeku pada suhu  $-42^\circ\text{C}$ , membentuk kristal-kristal putih, dan mendidih



pada 83 °C. Ketika mendidih pada suhu kamar, terdapat dekomposisi (penguraian) sebagian dengan pembentukan nitrogen dioksida sesudah reaksi:



Peningkatan konsentrasi asam nitrat dipengaruhi oleh penguraian termal maupun cahaya, dan hal ini dapat menimbulkan sejumlah variasi yang tak dapat diabaikan pada tekanan uap di atas cairan karena nitrogen oksida yang dihasilkan akan terlarut sebagian atau sepenuhnya di dalam asam.

Asam nitrat bereaksi dengan alkali, oksida basa, dan karbonat untuk membentuk garam, seperti amonium nitrat. Karena memiliki sifat mengoksidasi, asam nitrat tidak melepaskan protonnya pada reaksi dengan logam dan garam yang dihasilkan yang berada dalam keadaan teroksidasi lebih tinggi. Asam nitrat memiliki tetapan disosiasi asam ( $\text{pK}_a$ ) 1,4 : dalam larutan akuatik, asam nitrat hampir sepenuhnya (93% pada 0.1 mol/L) terionisasi menjadi ion nitrat  $\text{NO}_3^-$  dan proton terhidrasi yang dikenal sebagai ion hidronium,  $\text{H}_3\text{O}^+$ .



Asam sebagai sebuah oksidator yang kuat, asam nitrat bereaksi dengan sebagian besar bahan-bahan organik dan reaksinya bersifat eksplosif. Produk akhirnya tergantung pada konsentrasi asam, suhu, serta reduktor. Reaksi dapat terjadi dengan semua logam kecuali deret logam mulia dan alloy tertentu. reaksi oksidasi utamanya terjadi dengan asam pekat, pada pembentukan nitrogen dioksida ( $\text{NO}_2$ ).



## **2.6. Standart Potensial Elektroda**

Potensial elektroda adalah potensial listrik yang dihasilkan oleh suatu elektroda jika dibandingkan dengan elektroda hidrogen. Potensial elektroda diberi lambang E. Apabila pengukuran dilakukan pada suhu 25<sup>0</sup> C , tekanan 1 atm dan konsentrasi 1M, maka disebut sebagai potensial elektroda standart (  $E^0$  ).



Untuk membandingkan kecenderungan suatu logam mengalami oksidasi atau reduksi tidak bisa diukur secara langsung namun digunakan elektroda pembanding, yaitu hidrogen. Elektroda yang lebih mudah mengalami reduksi dibanding hidrogen mempunyai nilai  $E^0$  = positif, sedangkan elektroda yang lebih sukar mengalami reduksi mempunyai nilai  $E^0$  = negatif. Berdasarkan pengukuran potensial elektroda maka disusunlah deret volta.

Li–K–Ba–Ca–Na–Mg–Al–Mn–H<sub>2</sub>O–Zn–Cr–Fe–Co–Ni–Sn Pb –  
H–Cu–Hg–Ag–Pt–Au

Logam mempunyai kemampuan yang berbeda dalam melepaskan elektron, seperti pada contoh rangkaian sel volta diatas, elektron mengalir dari Zn ke Cu, bukan sebaliknya. Hal tersebut menunjukkan bahwa meskipun keduanya adalah logam namun Zn lebih mudah melepaskan elektron dari Cu. Perbedaan kecenderungan teroksidasi menghasilkan perbedaan rapat muatan antara Zn dan Cu, perbedaan rapat menyebabkan perbedaan potensial listrik antara Zn dan Cu sehingga elektron mengalir. Selisih potensial dinamakan Potensial Sel diberi lambang  $E^0_{\text{sel}}$ . Potensial sel ditentukan dengan cara mengukur potensial listrik yang timbul karena penggabungan dua setengah selnya. Pengukuran dilakukan menggunakan voltmeter. Nilai standar potensial elektroda beberapa kation dan anion dapat dilihat pada **Tabel 2.5**

**Tabel 2.5** Nilai Standar Potensial Elektroda (*Half Cell*)

<i>Half Cell</i>	$E^0$ (V)
$\frac{3}{2}\text{N}_2(\text{g}) + \text{H}^+ + e^- \rightleftharpoons \text{HN}_3(\text{aq})$	–3.09
$\text{Li}^+ + e^- \rightleftharpoons \text{Li}(\text{s})$	–3.0401
$\text{N}_2(\text{g}) + 4\text{H}_2\text{O} + 2e^- \rightleftharpoons 2\text{NH}_2\text{OH}(\text{aq}) + 2\text{OH}^-$	–3.04
$\text{Cs}^+ + e^- \rightleftharpoons \text{Cs}(\text{s})$	–3.026
$\text{Rb}^+ + e^- \rightleftharpoons \text{Rb}(\text{s})$	–2.98
$\text{K}^+ + e^- \rightleftharpoons \text{K}(\text{s})$	–2.931
$\text{Ba}^{2+} + 2e^- \rightleftharpoons \text{Ba}(\text{s})$	–2.912
$\text{Sr}^{2+} + 2e^- \rightleftharpoons \text{Sr}(\text{s})$	–2.899
$\text{Ca}^{2+} + 2e^- \rightleftharpoons \text{Ca}(\text{s})$	–2.868



$\text{Mg}^{2+} + 2e^- \rightleftharpoons \text{Mg}(s)$	-2.372
$\text{H}_2(g) + 2e^- \rightleftharpoons 2\text{H}^-$	-2.25
$\text{Be}^{2+} + 2e^- \rightleftharpoons \text{Be}(s)$	-1.85
$\text{Al}^{3+} + 3e^- \rightleftharpoons \text{Al}(s)$	-1.66
$\text{Zn}(\text{OH})_4^{2-} + 2e^- \rightleftharpoons \text{Zn}(s) + 4\text{OH}^-$	-1.199
$\text{Mn}^{2+} + 2e^- \rightleftharpoons \text{Mn}(s)$	-1.185
$\text{SiO}_2(s) + 4\text{H}^+ + 4e^- \rightleftharpoons \text{Si}(s) + 2\text{H}_2\text{O}$	-0.91
$\text{B}(\text{OH})_3(aq) + 3\text{H}^+ + 3e^- \rightleftharpoons \text{B}(s) + 3\text{H}_2\text{O}$	-0.89
$\text{Fe}(\text{OH})_2(s) + 2e^- \rightleftharpoons \text{Fe}(s) + 2\text{OH}^-$	-0.89
$\text{Fe}_2\text{O}_3(s) + 3\text{H}_2\text{O} + 2e^- \rightleftharpoons 2\text{Fe}(\text{OH})_2(s) + 2\text{OH}^-$	-0.86
$2\text{H}_2\text{O} + 2e^- \rightleftharpoons \text{H}_2(g) + 2\text{OH}^-$	-0.8277
$\text{Zn}^{2+} + 2e^- \rightleftharpoons \text{Zn}(Hg)$	-0.7628
$\text{Zn}^{2+} + 2e^- \rightleftharpoons \text{Zn}(s)$	-0.7618
$\text{Cr}^{3+} + 3e^- \rightleftharpoons \text{Cr}(s)$	-0.74
$\text{Fe}^{2+} + 2e^- \rightleftharpoons \text{Fe}(s)$	-0.44
$\text{Cr}^{3+} + e^- \rightleftharpoons \text{Cr}^{2+}$	-0.42
$\text{Cd}^{2+} + 2e^- \rightleftharpoons \text{Cd}(s)$	-0.40
$\text{Cu}_2\text{O}(s) + \text{H}_2\text{O} + 2e^- \rightleftharpoons 2\text{Cu}(s) + 2\text{OH}^-$	-0.360
$\text{PbSO}_4(s) + 2e^- \rightleftharpoons \text{Pb}(s) + \text{SO}_4^{2-}$	-0.3588
$\text{PbSO}_4(s) + 2e^- \rightleftharpoons \text{Pb}(Hg) + \text{SO}_4^{2-}$	-0.3505
$\text{Co}^{2+} + 2e^- \rightleftharpoons \text{Co}(s)$	-0.28
$\text{Ni}^{2+} + 2e^- \rightleftharpoons \text{Ni}(s)$	-0.25
$\text{Si}(s) + 4\text{H}^+ + 4e^- \rightleftharpoons \text{SiH}_4(g)$	-0.14
$\text{Sn}^{2+} + 2e^- \rightleftharpoons \text{Sn}(s)$	-0.13
$\text{O}_2(g) + \text{H}^+ + e^- \rightleftharpoons \text{HO}_2^{\bullet}(aq)$	-0.13
$\text{Pb}^{2+} + 2e^- \rightleftharpoons \text{Pb}(s)$	-0.13
$\text{CO}_2(g) + 2\text{H}^+ + 2e^- \rightleftharpoons \text{CO}(g) + \text{H}_2\text{O}$	-0.11
$\text{Fe}^{3+} + 3e^- \rightleftharpoons \text{Fe}(s)$	-0.04
$2\text{H}^+ + 2e^- \rightleftharpoons \text{H}_2(g)$	0
$\text{AgBr}(s) + e^- \rightleftharpoons \text{Ag}(s) + \text{Br}^-$	+0.07133
$\text{S}_4\text{O}_6^{2-} + 2e^- \rightleftharpoons 2\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$	+0.08
$\text{Fe}_3\text{O}_4(s) + 8\text{H}^+ + 8e^- \rightleftharpoons 3\text{Fe}(s) + 4\text{H}_2\text{O}$	+0.085
$\text{HgO}(s) + \text{H}_2\text{O} + 2e^- \rightleftharpoons \text{Hg}(l) + 2\text{OH}^-$	+0.0977



$\text{N}_2\text{H}_4(aq) + 4\text{H}_2\text{O} + 2e^- \rightleftharpoons 2\text{NH}_4^+ + 4\text{OH}^-$	+0.11
$\text{H}_2\text{MoO}_4(aq) + 6\text{H}^+ + 6e^- \rightleftharpoons \text{Mo}(s) + 4\text{H}_2\text{O}$	+0.11
$\text{C}(s) + 4\text{H}^+ + 4e^- \rightleftharpoons \text{CH}_4(g)$	+0.13
$\text{S}(s) + 2\text{H}^+ + 2e^- \rightleftharpoons \text{H}_2\text{S}(g)$	+0.14
$\text{Sn}^{4+} + 2e^- \rightleftharpoons \text{Sn}^{2+}$	+0.15
$\text{Cu}^{2+} + e^- \rightleftharpoons \text{Cu}^+$	+0.159
$\text{SO}_4^{2-} + 4\text{H}^+ + 2e^- \rightleftharpoons \text{SO}_2(aq) + 2\text{H}_2\text{O}$	+0.2
$\text{AgCl}(s) + e^- \rightleftharpoons \text{Ag}(s) + \text{Cl}^-$	+0.22233
$\text{Cu}^{2+} + 2e^- \rightleftharpoons \text{Cu}(s)$	+0.340
$\text{CO}(g) + 2\text{H}^+ + 2e^- \rightleftharpoons \text{C}(s) + \text{H}_2\text{O}$	+0.52
$\text{I}_3^- + 2e^- \rightleftharpoons 3\text{I}^-$	+0.53
$\text{I}_2(s) + 2e^- \rightleftharpoons 2\text{I}^-$	+0.54
$\text{H}_3\text{AsO}_4(aq) + 2\text{H}^+ + 2e^- \rightleftharpoons \text{H}_3\text{AsO}_3(aq) + \text{H}_2\text{O}$	+0.56
$\text{MnO}_4^- + 2\text{H}_2\text{O} + 3e^- \rightleftharpoons \text{MnO}_2(s) + 4\text{OH}^-$	+0.59
$\text{S}_2\text{O}_3^{2-} + 6\text{H}^+ + 4e^- \rightleftharpoons 2\text{S}(s) + 3\text{H}_2\text{O}$	+0.60
$\text{Fc}^+ + e^- \rightleftharpoons \text{Fc}(s)$	+0.641
$\text{O}_2(g) + 2\text{H}^+ + 2e^- \rightleftharpoons \text{H}_2\text{O}_2(aq)$	+0.70
$\text{Fe}^{3+} + e^- \rightleftharpoons \text{Fe}^{2+}$	+0.77
$\text{Ag}^+ + e^- \rightleftharpoons \text{Ag}(s)$	+0.7996
$\text{Hg}_2^{2+} + 2e^- \rightleftharpoons 2\text{Hg}(l)$	+0.80
$\text{FeO}_4^{2-} + 5\text{H}_2\text{O} + 6e^- \rightleftharpoons \text{Fe}_2\text{O}_3(s) + 10\text{OH}^-$	+0.81
$\text{Hg}^{2+} + 2e^- \rightleftharpoons \text{Hg}(l)$	+0.85
$\text{MnO}_4^- + \text{H}^+ + e^- \rightleftharpoons \text{HMnO}_4^-$	+0.90
$2\text{Hg}^{2+} + 2e^- \rightleftharpoons \text{Hg}_2^{2+}$	+0.91
$\text{MnO}_2(s) + 4\text{H}^+ + e^- \rightleftharpoons \text{Mn}^{3+} + 2\text{H}_2\text{O}$	+0.95
$\text{NO}_3^-(aq) + 2\text{H}^+ + e^- \rightleftharpoons \text{NO}_2(g) + \text{H}_2\text{O}$	+0.96
$\text{IO}_3^- + 5\text{H}^+ + 4e^- \rightleftharpoons \text{HIO}(aq) + 2\text{H}_2\text{O}$	+1.13
$\text{Ag}_2\text{O}(s) + 2\text{H}^+ + 2e^- \rightleftharpoons 2\text{Ag}(s) + \text{H}_2\text{O}$	+1.17
$\text{ClO}_3^- + 2\text{H}^+ + e^- \rightleftharpoons \text{ClO}_2(g) + \text{H}_2\text{O}$	+1.18
$\text{Pt}^{2+} + 2e^- \rightleftharpoons \text{Pt}(s)$	+1.188
$\text{ClO}_2(g) + \text{H}^+ + e^- \rightleftharpoons \text{HClO}_2(aq)$	+1.19
$\text{ClO}_4^- + 2\text{H}^+ + 2e^- \rightleftharpoons \text{ClO}_3^- + \text{H}_2\text{O}$	+1.20
$\text{O}_2(g) + 4\text{H}^+ + 4e^- \rightleftharpoons 2\text{H}_2\text{O}$	+1.229





$\text{MnO}_2(s) + 4\text{H}^+ + 2e^- \rightleftharpoons \text{Mn}^{2+} + 2\text{H}_2\text{O}$	+1.23
$\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-} + 14\text{H}^+ + 6e^- \rightleftharpoons 2\text{Cr}^{3+} + 7\text{H}_2\text{O}$	+1.33
$\text{Cl}_2(g) + 2e^- \rightleftharpoons 2\text{Cl}^-$	+1.36
$\text{CoO}_2(s) + 4\text{H}^+ + e^- \rightleftharpoons \text{Co}^{3+} + 2\text{H}_2\text{O}$	+1.42
$2\text{NH}_3\text{OH}^+ + \text{H}^+ + 2e^- \rightleftharpoons \text{N}_2\text{H}_5^+ + 2\text{H}_2\text{O}$	+1.42
$2\text{HIO}(aq) + 2\text{H}^+ + 2e^- \rightleftharpoons \text{I}_2(s) + 2\text{H}_2\text{O}$	+1.44
$\text{Ce}^{4+} + e^- \rightleftharpoons \text{Ce}^{3+}$	+1.44
$\text{BrO}_3^- + 5\text{H}^+ + 4e^- \rightleftharpoons \text{HBrO}(aq) + 2\text{H}_2\text{O}$	+1.45
$2\text{BrO}_3^- + 12\text{H}^+ + 10e^- \rightleftharpoons \text{Br}_2(l) + 6\text{H}_2\text{O}$	+1.48
$2\text{ClO}_3^- + 12\text{H}^+ + 10e^- \rightleftharpoons \text{Cl}_2(g) + 6\text{H}_2\text{O}$	+1.49
$\text{MnO}_4^- + 8\text{H}^+ + 5e^- \rightleftharpoons \text{Mn}^{2+} + 4\text{H}_2\text{O}$	+1.51
$\text{HO}_2^\bullet + \text{H}^+ + e^- \rightleftharpoons \text{H}_2\text{O}_2(aq)$	+1.51
$\text{Au}^{3+} + 3e^- \rightleftharpoons \text{Au}(s)$	+1.52
$\text{NiO}_2(s) + 4\text{H}^+ + 2e^- \rightleftharpoons \text{Ni}^{2+} + 2\text{OH}^-$	+1.59
$2\text{HClO}(aq) + 2\text{H}^+ + 2e^- \rightleftharpoons \text{Cl}_2(g) + 2\text{H}_2\text{O}$	+1.63
$\text{Ag}_2\text{O}_3(s) + 6\text{H}^+ + 4e^- \rightleftharpoons 2\text{Ag}^+ + 3\text{H}_2\text{O}$	+1.67
$\text{Pb}^{4+} + 2e^- \rightleftharpoons \text{Pb}^{2+}$	+1.69
$\text{MnO}_4^- + 4\text{H}^+ + 3e^- \rightleftharpoons \text{MnO}_2(s) + 2\text{H}_2\text{O}$	+1.70
$\text{AgO}(s) + 2\text{H}^+ + e^- \rightleftharpoons \text{Ag}^+ + \text{H}_2\text{O}$	+1.77
$\text{H}_2\text{O}_2(aq) + 2\text{H}^+ + 2e^- \rightleftharpoons 2\text{H}_2\text{O}$	+1.78
$\text{Co}^{3+} + e^- \rightleftharpoons \text{Co}^{2+}$	+1.82
$\text{Au}^+ + e^- \rightleftharpoons \text{Au}(s)$	+1.83
$\text{BrO}_4^- + 2\text{H}^+ + 2e^- \rightleftharpoons \text{BrO}_3^- + \text{H}_2\text{O}$	+1.85
$\text{Ag}^{2+} + e^- \rightleftharpoons \text{Ag}^+$	+1.98
$\text{S}_2\text{O}_8^{2-} + 2e^- \rightleftharpoons 2\text{SO}_4^{2-}$	+2.010
$\text{O}_3(g) + 2\text{H}^+ + 2e^- \rightleftharpoons \text{O}_2(g) + \text{H}_2\text{O}$	+2.075
$\text{HMnO}_4^- + 3\text{H}^+ + 2e^- \rightleftharpoons \text{MnO}_2(s) + 2\text{H}_2\text{O}$	+2.09
$\text{FeO}_4^{2-} + 3e^- + 8\text{H}^+ \rightleftharpoons \text{Fe}^{3+} + 4\text{H}_2\text{O}$	+2.20
$\text{F}_2(g) + 2e^- \rightleftharpoons 2\text{F}^-$	+2.87
$\text{F}_2(g) + 2\text{H}^+ + 2e^- \rightleftharpoons 2\text{HF}(aq)$	+3.05

(David, 2006)

## 2.7. Energi Bebas Gibbs

Dalam termodinamika, energi bebas Gibbs (adalah suatu potensial termodinamika yang dapat digunakan untuk



menghitung kerja reversibel maksimum yang dapat dilakukan oleh sistem termodinamika pada suhu dan tekanan konstan (isothermal, isobarik). Sama seperti dalam mekanika, di mana penurunan energi potensial didefinisikan sebagai kerja maksimum yang dapat dilakukan, potensial yang berbeda juga memiliki arti yang berbeda. Penurunan energi bebas Gibbs (J dalam SI) adalah jumlah maksimum pekerjaan non-ekspansi yang dapat diekstraksi dari sistem termodinamika tertutup; maksimum tersebut dapat dicapai hanya dalam proses yang sepenuhnya reversibel. Ketika sebuah sistem berubah secara reversibel dari keadaan awal ke keadaan akhir, penurunan energi bebas Gibbs sama dengan kerja yang dilakukan oleh sistem ke lingkungannya, dikurangi dengan kerja dari gaya tekanan. Energi Gibbs (juga dirujuk sebagai  $G$ ) juga merupakan potensial termodinamika yang diminimalkan saat sistem mencapai kesetimbangan pada tekanan dan suhu konstan. Derivasinya sehubungan dengan koordinat reaksi sistem yang hilang pada titik kesetimbangan. Dengan demikian, pengurangan  $G$  adalah kondisi yang diperlukan untuk spontanitas proses pada tekanan dan suhu konstan. Nilai energi bebas Gibbs beberapa senyawa *lithium* dapat dilihat pada **Tabel 2.6**

**Tabel 2.6** Energi Bebas Gibbs Senyawa Lithium

Senyawa	$\Delta_f G^\circ$ (KJ/mol)
LiCl	-384,5
Li <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	-1324
LiNO <sub>3</sub>	-389,5
Li <sub>2</sub> CO <sub>3</sub>	-1132,4

(Perrot, 1998)

## 2.8. Pemrosesan *Lithium* Berbahan Dasar Lumpur

*Lithium* sering ditemukan dalam *clays* seperti *montmorillonite*, *kaolinite*, *hektorit*, dll, di berbagai tingkatan mulai 7-6000 proses ppm. Kimia *treating clays* untuk *recovery lithium* yang ditunjukkan pada **Tabel 2.7** Pada tahun 1988, Crocker dari Biro Pertambangan AS melaporkan studi ekstensif untuk



recovery lithium dari low grade Nevada clays. Menggunakan clays McDermitt B yang mengandung 0,64% Li, dilakukan beberapa metode yang diterapkan untuk mengekstrak lithium termasuk Multiple-reagent roast water-leaching, Sulfur dioxide roast-water leach, HCl roast-water leach, Limestone gypsum water leach

**Tabel 2.7** Hasil pengolahan dan penelitian menggunakan lumpur.  
(*Lithium Process Chemistry*,2015)

Bahan	Pembakaran		Leaching		Maks. Li di dapat (%)	Kemurnian produk akhir <sup>a</sup>
	Penambahan	Temp. (°C)	Pengekstrakan	Temp. (°C)		
Lumpur Montmorillonite	SO <sub>2</sub>	700	H <sub>2</sub> O	Tidak ditentukan	86	Belum termasuk
	Anhydrous HCl	700	H <sub>2</sub> O	80	70	
	CaCO <sub>3</sub> + HCl	750	H <sub>2</sub> O	80	80	Li <sub>2</sub> CO <sub>3</sub>
	Gipsium + kapur	1000	H <sub>2</sub> O	Tidak ditentukan	90	Li <sub>2</sub> CO <sub>3</sub> 99%
Lumpur boron	Gipsium + kapur	915	H <sub>2</sub> O	Temp. ruangan	88	Li <sub>2</sub> CO <sub>3</sub>
Hectorite	Dolomite + CaSO <sub>4</sub>	1000	H <sub>2</sub> O	95	92	Li <sub>2</sub> CO <sub>3</sub> .LiOH
Lumpur montmorillonite	Belum termasuk		NaOH/KOH/N <sub>a</sub> CO <sub>3</sub> /K <sub>2</sub> CO <sub>3</sub> <sup>b</sup>	85	66	Li <sub>2</sub> CO <sub>3</sub>
			kons. H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> <sup>c</sup>	85 – 100		

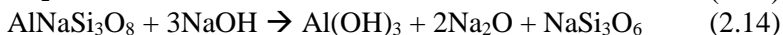
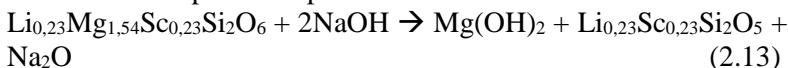


Lumpur <i>Bentonite</i>	Belum termasuk	7M H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	250	90	Li <sub>2</sub> CO <sub>3</sub>
<i>Granite</i>	Belum termasuk	120 g/L H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	260	68	Belum termasuk
		300 g/L HCl	90	76	
<i>Pegmatite</i>	Belum termasuk	120 g/L H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	260	71	
		300 g/L HCl	90	49	

## 2.9. Proses Ekstraksi Li<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>

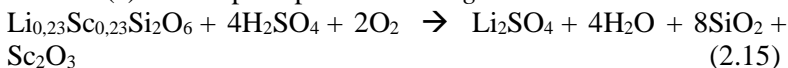
Dalam proses ekstraksi *lithium* menggunakan metode hidrometalurgi terjadi banyak reaksi yang akhirnya menjadikan kandungan (wt%) *lithium* dalam suatu *ore* menjadi bertambah atau semakin murni, Menurut Kawecki, dkk (1961) pada patent US3007770, penambahan NaOH dilakukan pada proses penghilangan Al(OH)<sub>2</sub>, FeO, dan MnO<sub>2</sub>. Sementara menurut Yan, dkk (2012) penambahan NaOH bertujuan untuk menghilangkan Mn(OH)<sub>2</sub>, Al(OH)<sub>3</sub>. Pada Meshram (2014) diketahui bahwa terdapat pembentukan senyawa Mg(OH)<sub>2</sub> pada penambahan NaOH

### 1.Reaksi pada saat penambahan NaOH



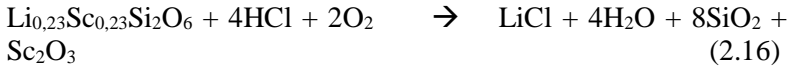
Menurut Jandova (2010), pada proses *leaching* menggunakan H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, akan terbentuk Li<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, dari Chobey (2017) pada proses leaching HCl dan HNO<sub>3</sub> akan membentuk LiCl dan LiNO<sub>3</sub>. Li<sub>0,23</sub>Sc<sub>0,23</sub>Si<sub>2</sub>O<sub>5</sub> yang didapat pada persamaan reaksi 2.13 direaksikan dengan asam.

### 2.(a) Reaksi pada proses *leaching* larutan asam H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>

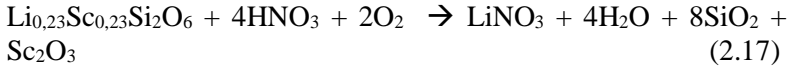




2.(b) Reaksi pada proses *leaching* larutan asam HCl

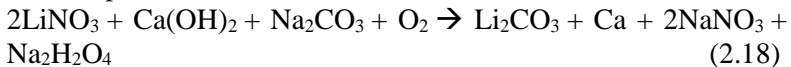


2.(c) Reaksi pada proses *leaching* larutan asam HNO<sub>3</sub>



Berdasarkan Jandova (2010) pada penambahan Ca(OH)<sub>2</sub> terjadi proses penghilangan pengotor seperti pada saat penambahan NaOH. Berdasarkan Vieceli (2018) terjadi penghilangan sisa H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> menjadi gypsum (CaSO<sub>4</sub>.2H<sub>2</sub>O) dan penghilangan pengotor Al. Sementara berdasarkan Choubey (2016) proses penambahan Ca(OH)<sub>2</sub> dimaksudkan untuk menghilangkan pengotor berupa Al, Fe, dan Mg. Berdasarkan Botten, dkk (1965), tujuan adanya penambahan Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> adalah untuk menghilangkan pengotor Ca<sup>2+</sup> pada proses ekstraksi. Berdasarkan penelitian Dresler (1998) penambahan Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> selain untuk menghilangkan Ca<sup>2+</sup> juga dimaksudkan untuk membentuk Li<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>, apabila terjadi kekurangan Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>, maka tidak akan terbentuk Li<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> melainkan Li<sub>2</sub>O sedangkan apabila Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> berlebih akan membentuk LiNaCO<sub>3</sub>. Berdasarkan Harrison (2012) penambahan Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> dapat mengendapkan kalsium menjadi CaCO<sub>3</sub>

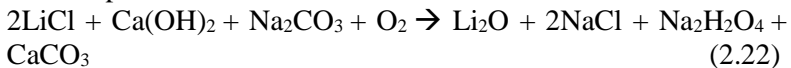
3.(a) Reaksi yang terjadi saat penambahan Ca(OH)<sub>2</sub> dan Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> pada variabel larutan asam HNO<sub>3</sub>.



3.(b) Reaksi yang terjadi saat penambahan Ca(OH)<sub>2</sub> dan Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> pada variabel larutan asam H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>.



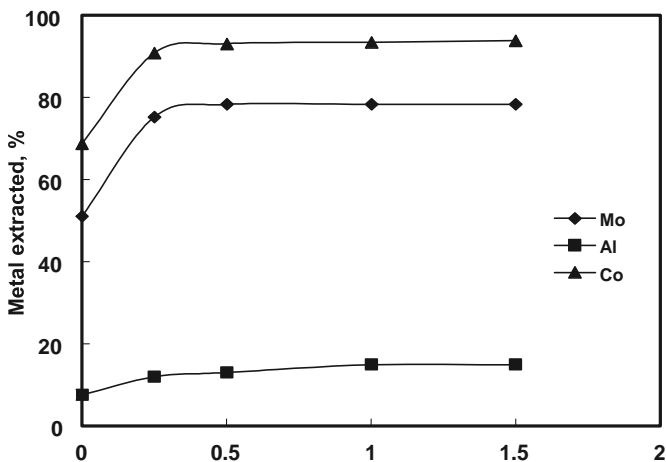
3.(c) Reaksi yang terjadi saat penambahan Ca(OH)<sub>2</sub> dan Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> pada variabel larutan asam HCl.





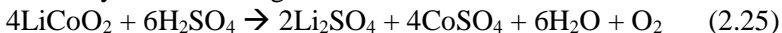
## 2.10. Penelitian Sebelumnya

Menurut penelitian yang dilakukan oleh Barik dkk. (2012) Asam Sulfat digunakan salah satunya dalam proses ekstraksi molybdenum, aluminium dan cobalt dimana seperti ditunjukkan pada **Gambar 2.11**, efisiensi ekstraksi molibdenum dan kobalt pada awalnya meningkat dari 75,3% menjadi 77,1% dan 90,7% menjadi 93,0%, dengan peningkatan konsentrasi asam sulfat dari 0,25 menjadi 0,5 M. Peningkatan konsentrasi asam lebih lanjut menjadi 1- 1,5 M memiliki efek yang tidak signifikan (1%). Semua tes berturut-turut dilakukan dengan menggunakan 0,5 M  $\text{H}_2\text{SO}_4$ .



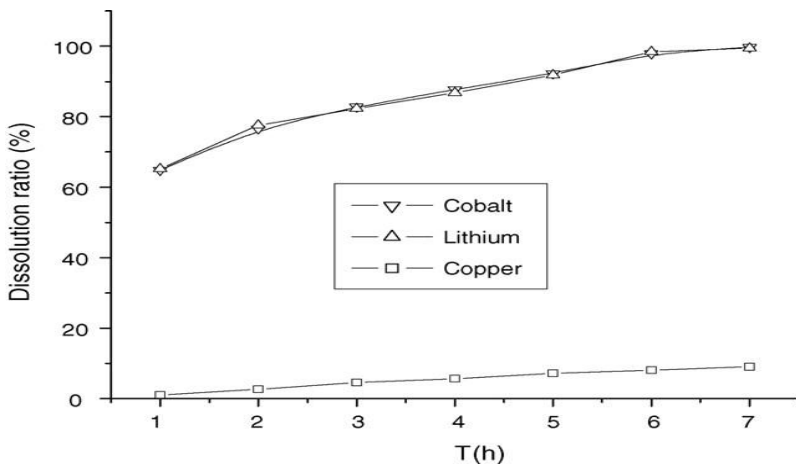
**Gambar 2.11** Pengaruh konsentrasi asam sulfat terhadap ekstraksi Mo, Co dan Al

Pada penelitian yang lain dilakukan oleh Junmin dkk. (2005) menggunakan  $\text{LiCoO}_2$  dan dilarutkan dengan larutan asam sulfat. Reaksinya adalah sebagai berikut :



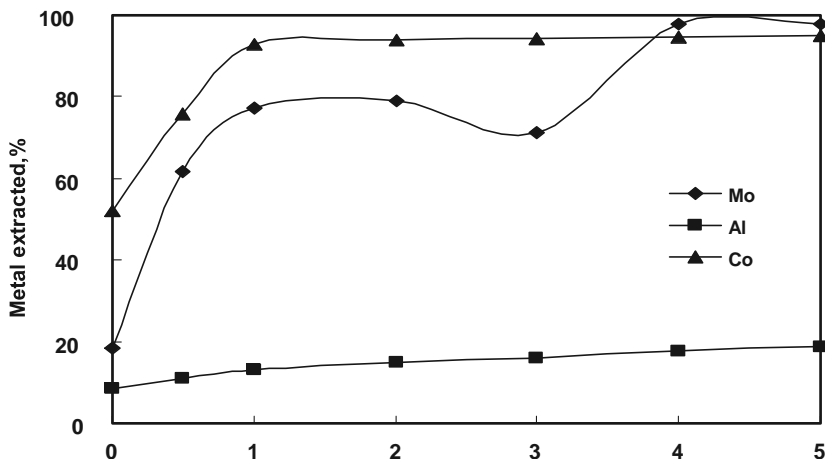


Untuk mendapatkan kondisi optimum  $\text{LiCoO}_2$  dilakukan peningkatan konsentrasi  $\text{H}_2\text{SO}_4$  dan temperatur 2M sampai 4M dan 50-90 °C, Hasilnya efisiensi proses *leaching* meningkat, menunjukkan pengaruh konsentrasi  $\text{H}_2\text{SO}_4$  dan waktu reaksi pada persentase proses *leaching* kobalt pada masing masing 50 dan 90°C. Selain itu, kemampuan oksidasi asam sulfat meningkat, yang berarti lebih banyak foil tembaga yang larut. Kurva efisiensi proses *leaching* termasuk lithium, kobalt dan tembaga pada sisa baterai ditunjukkan pada **Gambar 2.12**



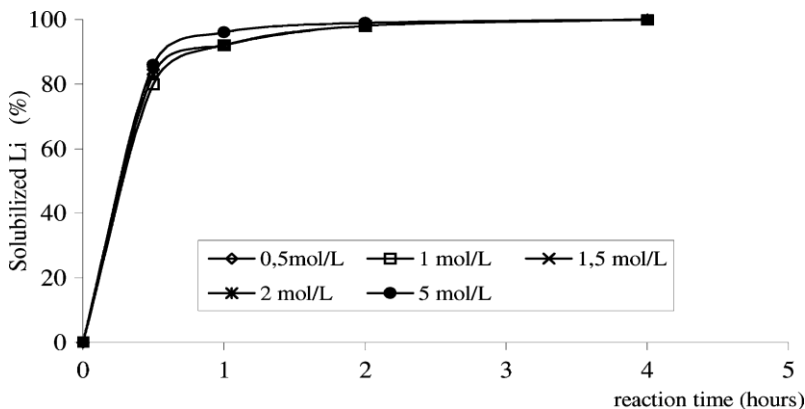
**Gambar 2.12** Rasio kobalt, litium dan tembaga sisa baterai dengan 3M  $\text{H}_2\text{SO}_4$  pada suhu 70°C

Menurut penelitian yang dilakukan oleh Barik dkk. (2012) Asam Nitrat digunakan salah satunya dalam proses ekstraksi molybdenum, aluminium dan kobalt. Percobaan dilakukan menggunakan 4.0 M  $\text{HNO}_3$ . Menurut **Gambar 2.13**, peningkatan meningkat dari 18,5% menjadi 77,1% pada berbagai konsentrasi asam dari 0 sampai 1,0 M dan tetap sama dengan 2,0 M  $\text{HNO}_3$ . Penurunan dramatis hasil molibdenum diamati pada konsentrasi asam yang lebih tinggi (> 2 M) dan selanjutnya meningkat menjadi 97,9% dengan 4,0 M  $\text{HNO}_3$ .



**Gambar 2.13** Pengaruh konsentrasi asam nitrat terhadap ekstraksi Mo, Co dan Al

Pada penelitian yang lain dilakukan oleh Castillo dkk. (2002) menggunakan  $\text{LiMnO}_2$  dan larutan asam nitrat dengan konsentrasi bervariasi dari 0,5 sampai 5 mol  $\text{l}^{-1}$ . Pada hasil analisis spektrofotometri menunjukkan bahwa ketika konsentrasi larutan asam nitrat berkisar antara 1 dan 2 mol  $\text{l}^{-1}$ , memperoleh 100% lithium **Gambar 2.14**.



**Gambar 2.14** Grafik kelarutan Litihium dengan asam nitrat pada berbagai konsentrasi.





Penelitian ekstraksi litium sebelumnya pernah dilakukan oleh Distin PA, Phillips CV (1982) menggunakan metode Ekstraksi menggunakan *Li-bearing* dari granit dan pegmatit dengan cara *leaching*. *Leaching* dilakukan dengan dua sampel granit yang mengandung 0.5% dan 0.07% Li dengan larutan konsentrasi  $\text{HNO}_3$  meningkatkan efisiensi pelarutan kobalt dari 52,1% menjadi 93,0%, sedangkan molibdenum pada awalnya 120 g/L  $\text{H}_2\text{SO}_4$  pada temperatur  $260^\circ\text{C}$  selama 3,5 jam menghasilkan 68.2% dan 55.6% Li. Namun, 71.3% Li *ter-recovered* pada pegmatit (0.65% Li) ketika *leaching*.

Kemudian oleh Kluksdahl HE (1986) menggunakan metode Lumpur direaksikan dengan NaOH pada temperatur  $85^\circ\text{C}$  selama 3 jam kemudian di tambahkan  $\text{H}_2\text{SO}_4$  agar pH-nya dapat bertahan menjadi 1 selama 3 jam. *Slurry* dipanaskan hingga mencapai  $100^\circ\text{C}$  selama 5 jam. Setelah itu didinginkan dan direaksikan dengan  $\text{CaCO}_3$  dan  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  menghasillkan Proses dilakukan hingga selesai, *Lithium* diperoleh melalui  $\text{CaCO}_3$  dan  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  yang menghasilkan 60% Li berupa  $\text{Li}_2\text{CO}_3$ .

Kemudian oleh Amer AM (2008) menggunakan metode Lumpur di larutkan dengan 7M  $\text{H}_2\text{SO}_4$  yang kemudian di panaskan pada temperatur  $250^\circ\text{C}$  dalam *autoclave* menghasilkan Proses *leaching* kemudian di uapkan yang menghasilkan  $\text{Li}_2\text{CO}_3$  dengan kemurnian 90% Li pada temperature  $250^\circ\text{C}$ . Pada tahun 2014 Gede Panca Ady Sapputra dan Lukman Noerochim (2014) juga melakukan penelitian menggunakan 0,957 gr  $\text{MnO}_2$  dan 0,132 LiOH kemudian di aduk selama 30 menit. Temperatur kalsinasi adalah  $200^\circ\text{C}$  dengan variasi waktu, 24, 48 dan 72 jam. *Acid treatment* dengan 2 liter HCl 0,5M dan menghasilkan Efisiensi adsorpsi yang terbesar dimiliki oleh *Lithium* Mangan Oksida spinel ( $\text{LiMn}_2\text{O}_4$ ) dengan waktu hidrotermal 72 jam. Sedangkan efisiensi desorpsi yang terbesar dimiliki oleh *Lithium* Mangan Oksida spinel ( $\text{LiMn}_2\text{O}_4$ ) dengan waktu hidrotermal 24 jam. Kemudian Gita Akbar dan Lukman Noerochiem (2014) melakukan penelitian menggunakan proses *solid state* dengan sintesa  $\text{MnO}_2$  dan  $\text{Li}_2\text{CO}_3$ . Sintesa divariasikan pada rasio mol Li/Mn, yaitu 0,5, 0,8, 1 dan 2.



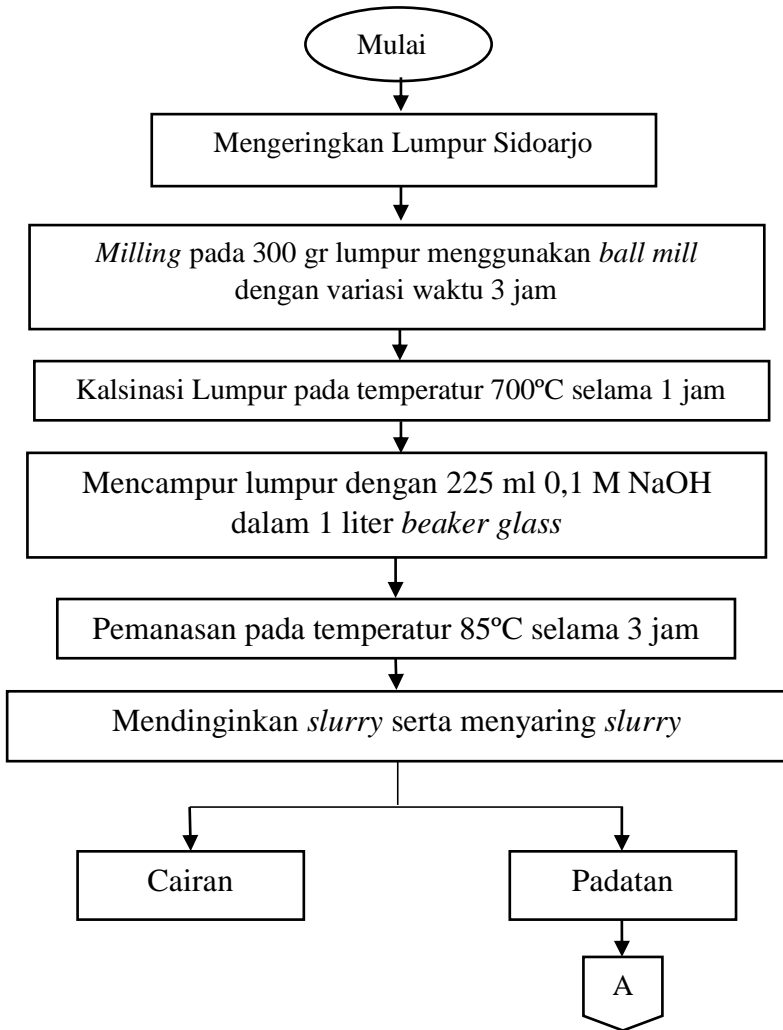
Kalsinasi pada temperatur 500°C selama 5 jam. Proses *acid treatment* selama 24 jam didalam 0,5M HCl dan menghasilkan adsorben LMO dengan struktur kristal spinel memiliki kemampuan menyerap *lithium* paling tinggi pada rasio mol Li/Mn 1 dengan *lithium* uptake sebesar 6,6 mg/g, pada LMO yang berstruktur monoklinik tidak dapat menyerap *Lithium*. Berikutnya Adha Bangkit Banyubiru Tangguh dan Lukman Noerochiem (2016) melakukan penelitian Menggunakan proses hidrometalurgi dengan pelarut NaOH, *leaching* menggunakan H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> serta CaCO<sub>3</sub> dan Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> sebagai *binder* Li . Dengan variasi Konsentrasi NaOH 0,1M, 0,3M dan 0,5M dan memperoleh hasil penambahan NaOH akan berakibat bertambahnya kandungan Li yang di ambil tetapi mengalami penurunan efisiensi. Efisiensi paling tinggi pada penambahan 0,1M NaOH dan kandungan paling tinggi terdapat pada penambahan 0,5M NaOH.

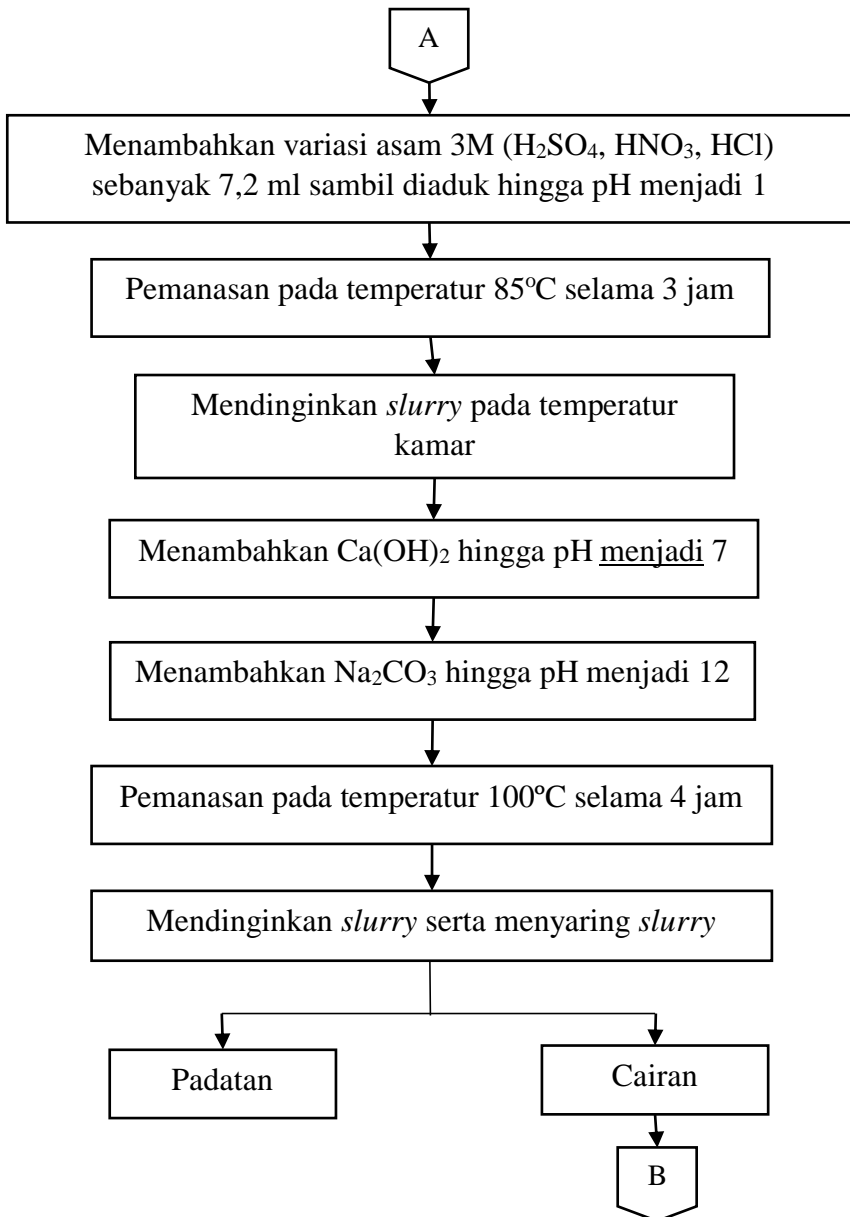
Selanjutnya oleh Hendri Purba dan Lukman Noerochiem (2016) melakukan penelitian Menggunakan proses hidrometalurgi dengan pelarut NaOH, *leaching* menggunakan H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> serta CaCO<sub>3</sub> dan Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> sebagai *binder* Li . Dengan variasi waktu *leaching* 3 jam, 5 jam, dan 7 jam dan memperoleh hasil Semakin lama waktu *leaching* yang dilakukan semakin tinggi prosentase *lithium* yang dapat diekstrak dari lumpur Sidoarjo. Berikutnya oleh Mudzakkir Dioktyanto dan Lukman Noerochiem (2017) juga melakukan penelitian menggunakan proses hidrometalurgi dengan pelarut NaOH, *leaching* menggunakan H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> serta CaCO<sub>3</sub> dan Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> sebagai *binder* Li . Dengan variasi waktu *milling* 1 jam, 2 jam dan 3 jam dan memperoleh kesimpulan semakin lama waktu *milling* yang dilakukan maka semakin tinggi prosentase efisiensi *lithium* yang dapat diekstrak dari lumpur Sidoarjo.

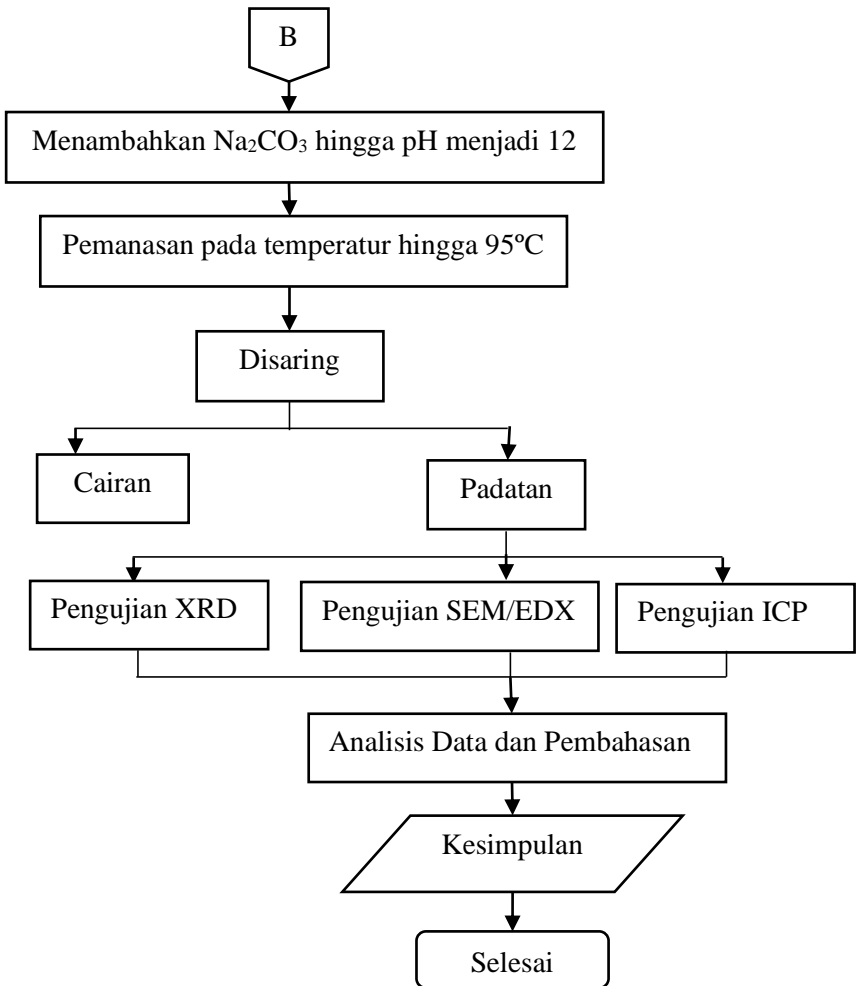
# BAB III

## METODOLOGI PENELITIAN

### 3.1. Diagram Alir Penelitian







**Gambar 3.1.** Diagram Alir Penelitian

### 3.2. Bahan Penelitian

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini yaitu:

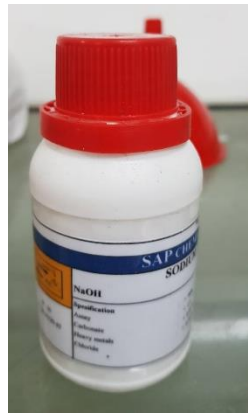
- Lumpur Sidoarjo



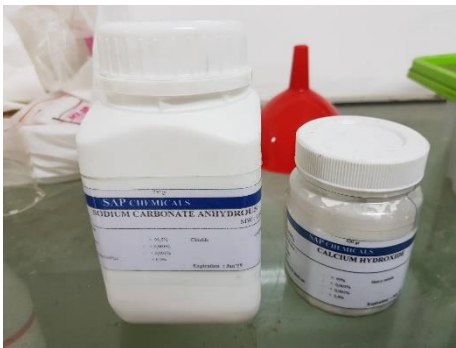
- b. Larutan NaOH 0.1 M
- c. Larutan  $\text{H}_2\text{SO}_4$  3M
- d. Larutan HCl 3M
- e. Larutan  $\text{HNO}_3$  3M
- f.  $\text{Ca}(\text{OH})_2$
- g.  $\text{Na}_2\text{CO}_3$
- h. Aquades
- i. Alkohol



(a)



(b)



(c)



(d)

**Gambar 3.2** Bahan Penelitian (a)  $\text{H}_2\text{SO}_4$ ,  $\text{HNO}_3$ , HCl (b) NaOH  
(c)  $\text{Ca}(\text{OH})_2$  dan  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  (d) Alkohol



### 3.3. Peralatan Penelitian

Peralatan yang digunakan dalam penelitian ini yaitu :

1. Neraca Analitik (Digital)  
Digunakan untuk menimbang massa lumpur yang sudah dikeringkan.
2. *Ball Mill*  
Untuk menghaluskan partikel lumpur kering sehingga ukuran partikelnya menjadi 80 mikron.



**Gambar 3.3** Alat *Ball Mill*

3. *Furnace*  
Untuk proses kalsinasi pada sampel



**Gambar 3.4** Alat *Furnace*



4. *Beaker Glass* 500 ml  
Digunakan untuk pembuatan larutan
5. *Beaker Glass* 1 Liter  
Digunakan untuk tempat proses hidrometalurgi
6. Pipet tetes  
Digunakan untuk memasukkan larutan asam sulfat setetes demi setetes kedalam campuran NaOH dan lumpur
7. *Hot plate*  
Digunakan untuk mengeringkan lumpur dan memanaskan *slurry*.



**Gambar 3.5** Alat *Hot Plate*

8. *Glove*  
Untuk melindungi tangan saat bekerja dengan bahan bahan berbahaya.
9. Kertas Saring  
Untuk memisahkan padatan dengan larutan yang ada dalam *slurry*
10. *Shieving*  
Untuk didapatkan ukuran partikel yang homogen
11. ICP (*Inductively Coupled Plasma*)  
Digunakan untuk mengetahui kandungan unsur Lithium pada larutan sebelum dan sesudah proses recovery.
12. SEM (*Scaning Electron Microscope*)





Digunakan untuk menganalisis dan mengetahui ukuran dan bentuk kristal hasil ekstraksi lumpur.

13. XRD (*X-ray Diffraction*)

Digunakan untuk mengetahui senyawa senyawa yang terdapat dalam hasil Ekstraksi Lumpur Sidoarjo.

### 3.4. Pelaksanaan Penelitian

Penelitian yang dilakukan akan dibagi dalam beberapa tahap sebagai berikut :

#### 3.4.1 Preparasi Lumpur

- 1 Menjemur lumpur dibawah sinar matahari
- 2 Mengambil 300g lumpur yang sudah dikeringkan dengan menggunakan timbangan digital.
- 3 Lumpur kering dihaluskan menggunakan *ball mill* selama 3 jam.
- 4 Melakukan *roasting* menggunakan *furnace* pada temperatur 700°C selama 1 jam
- 5 Melakukan penyaringan pada lumpur hasil *ball mill* sehingga didapatkan partikel lumpur berukuran < 80 mikron.

#### 3.4.2 Pembuatan Slurry

1. Menyiapkan larutan NaOH 225 ml 0.1 M didalam *beaker glass* ukuran 1 L.
2. Memasukkan partikel lumpur kedalam larutan NaOH kemudian dipanaskan pada temperatur 85 °C selama 3 jam hingga membentuk *slurry*.
3. Mendinginkan *slurry* dan melakukan penyaringan untuk mengambil padatan.

#### 3.4.3 Oksidasi

1. Menetesi padatan secara perlahan dengan variasi asam sulfat ( $\text{H}_2\text{SO}_4$ ) asam nitrat ( $\text{HNO}_3$ ) dan asam klorida ( $\text{HCl}$ ) (95%) 3M sebanyak 7.2 ml dan melakukan pengadukan.
2. Memanaskan pada temperatur 85°C selama 3 jam dengan pengadukan secara terus menerus untuk menjaga pH.



#### 3.4.4 Leaching

1. Mendinginkan di temperatur kamar.
2. Memberikan *treatment slurry* yang telah dingin dengan  $\text{Ca(OH)}_2$  pH 7 dan  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  pH 12 yang kemudian dipanaskan pada temperatur  $100^\circ\text{C}$  selama 4 jam.
3. Menyaring *slurry* untuk menghilangkan solid yang tidak bereaksi dengan magnesium dan kalsium karbonat.
4. Menambahkan larutan dengan  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  hingga pH 12 yang kemudian dipanaskan pada temperatur  $95^\circ\text{C}$ .
5. Menyaring larutan yang memiliki temperatur  $95^\circ\text{C}$ .  
Memfiltrasi larutan untuk mendapatkan lithium karbonat.

#### 3.5. Pengujian Penelitian

Pengujian yang dilakukan bertujuan untuk melakukan karakterisasi terhadap hasil ekstraksi yang diperoleh agar dapat dibandingkan antara variabel satu dengan variabel yang lain berikut beberapa pengujian yang dilakukan pada penelitian ini.

##### 3.5.1 XRD (X-ray Diffraction)

Pada penelitian ini untuk mengetahui fasa yang terbentuk pada sampel maka dilakukan pengujian XRD menggunakan instrument PAN *Analytical* dengan *range* sudut  $10^\circ$ - $90^\circ$  dan menggunakan panjang gelombang  $\text{CuK}\alpha$  sebesar  $1.54056 \text{ \AA}$  yang dilakukan di Departemen Teknik Material FTI-ITS. Sebelum dilakukan pengujian XRD dilakukan preparasi terhadap sampel berupa digerus terlebih dahulu menggunakan mortar agar didapatkan ukuran yang homogen, kemudian sampel diletakkan di tengah-tengah *plate* agar tepat pada titik fokus hamburan sinar-X.

Secara umum prinsip kerja XRD ditunjukkan oleh **Gambar**

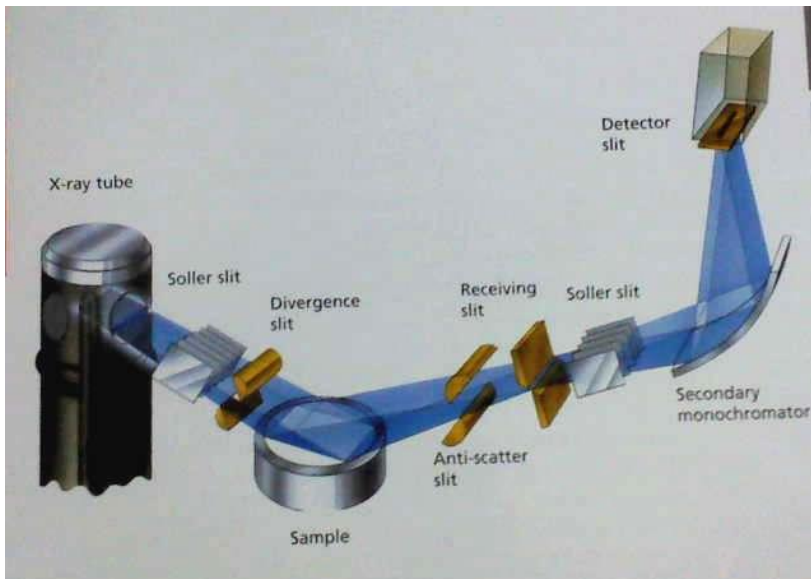
#### 3.6 Generator tegangan tinggi berfungsi sebagai catu daya sumber sinar-X

1. Sampel berbentuk serbuk diletakkan diatas tatakan (*plate*) yang dapat diatur.
2. Berkas sinar-x didifraksikan oleh sampel dan difokuskan melewati celah, kemudian masuk ke alat pencacah. Apabila sampel berputar sebesar  $2\theta$  maka alat berputar sebesar  $\theta$ .



3. Pola difraksi sinar-x direkam dalam bentuk kurva intensitas terhadap sudut difraksi.

Untuk menentukan fasa yang terbentuk dapat dilakukan dengan metode pencocokan terhadap difraksi acuan. Pada penelitian ini digunakan data standar yang diperoleh melalui JCPDS (*Joint Committee of Powder Diffraction Standart*).



**Gambar 3. 6** Skema kerja X-Ray Diffraction (XRD)

Melalui bantuan *software highscore plus* pertama dilakukan pencarian puncak-puncak difraksi dari sampel (*search peak*), kemudian dilakukan pencocokan terhadap JCPDS referensi dalam hal ini adalah JCPDS No. 49-0207. Akan terlihat puncak yang bersesuaian terhadap acuan, dan apabila ditemukan puncak lain dengan intensitas tinggi namun tidak bersesuaian dengan acuan dapat dikatakan ada suatu pengotor yang harus diidentifikasi. Alat XRD yang digunakan ditunjukkan pada **Gambar 3.7**.



**Gambar 3.7** Alat XRD (X-Ray Diffraction)

### **3.5.2 SEM (Scanning Electron Microscop)**

Pada penelitian ini menggunakan mesin SEM Inspect S50 menggunakan energy 20 kV dan diambil foto morfologi dengan perbesaran 5000x, dan 7.500x. Preparasi spesimen dilakukan dengan cara digerus menggunakan mortar kemudian dilakukan coating permukaan menggunakan AuPb agar tidak terjadi charging pada saat penggunaan SEM. Pengujian SEM dilakukan di laboratorium karakterisasi Departemen Teknik Material ITS. Alat SEM yang digunakan dapat dilihat pada **Gambar 3.8**.

SEM (*Scanning Electron Microscope*) adalah salah satu jenis mikroskop elektron yang menghasilkan gambar dari sampel dengan menggunakan elektron yang terfokuskan. Elektron berinteraksi dengan elektron pada sampel, menghasilkan beberapa jenis sinyal yang dapat dideteksi dan mengandung informasi tentang topografi permukaan sampel dan komposisinya. Mengamati permukaan padat dengan perbesaran  $M = 10\text{--}100000 \times$ , resolusi permukaan hingga kedalaman 3-100 nm. Prinsip kerja dari SEM adalah sebagai berikut:

1. Sebuah pistol elektron memproduksi sinar elektron dan dipercepat dengan anoda.
2. Lensa magnetik memfokuskan elektron menuju ke sampel.



3. Sinar elektron yang terfokus memindai (scan) keseluruhan sampel dengan diarahkan oleh koil pemindai.
4. Ketika elektron mengenai sampel maka sampel akan mengeluarkan elektron baru yang akan diterima oleh detektor dan dikirim ke monitor (CRT).



**Gambar 3. 8** Alat SEM (Scaning Electron Microscop)

### **3.5.3 EDX (Energi Dispersive X-ray)**

*Energy Dispersive X-ray* adalah suatu pengujian yang berguna untuk mengetahui unsur-unsur apa saja yang terdapat pada suatu material. Biasanya alat pengujian ini menjadi satu dengan alat uji SEM, karena pada dasarnya ialah sama menggunakan gelombang x-ray untuk mengeksitasi elektron yang terdapat pada senyawa tersebut yang nantinya ditangkap oleh detektor untuk mengetahui unsur tersebut.

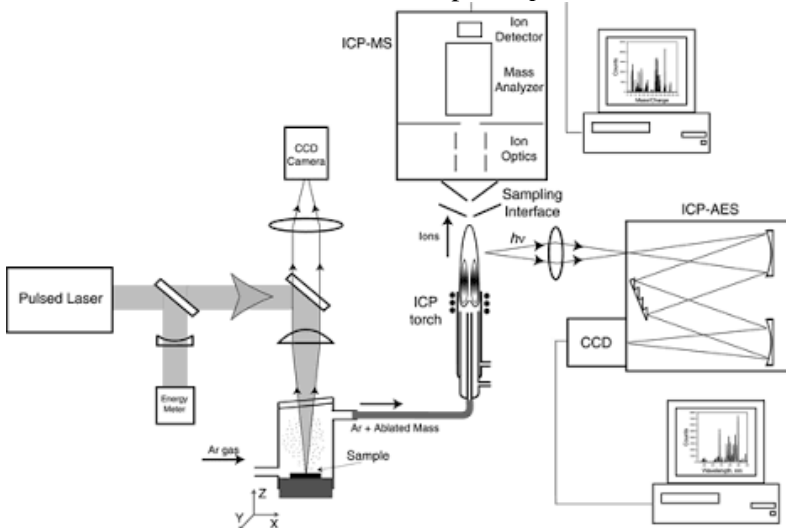
Pada penelitian ini EDX digunakan untuk menguji sampel untuk mengetahui unsur apa saja yang terdapat pada sampel tersebut, pengujian ini sangat berguna karena dengan uji EDX kita dapat mengetahui apakah ada unsur-unsur yang merupakan kontaminan, atau adakah unsur-unsur yang merupakan reaktan yang tidak bereaksi.



### 3.5.4 ICP (Inductively Coupled Plasma)

ICP adalah salah satu instrumen yang berfungsi untuk menganalisa logam-logam pada larutan. ICP termasuk dalam *spectro atomic* yaitu sebuah teknik yang digunakan untuk mendeteksi jejak logam pada sampel dan untuk mendapatkan karakteristik unsur-unsur yang memancarkan gelombang tertentu. Alat ini menggunakan metode *spectrophotometer* emisi yang artinya adalah metode analisis yang didapat pada pengukuran intensitas emisi pada panjang gelombang yang khas dan ada sekitar 80 unsur yang dapat dianalisa seperti pada **Gambar 3.9**.

Dalam penelitian ini, alat ICP digunakan untuk mengetahui jumlah unsur litium yang terkandung pada larutan litium, baik sebelum proses *hydrometallurgy* maupun sesudah *hydrometallurgy*. Dengan menghitung unsur litium menggunakan alat ICP, maka akan diketahui kemampuan *uptake* litium.



**Gambar 3.9** ICP (Inductively Coupled Plasma)

Dari hasil uji ICP akan didapatkan kandungan lithium dalam satuan ppm (mg/L), hasil uji dari ICP merupakan cuplikan dari hasil ekstraksi yang didapat, sehingga untuk mengetahui hasil



kandungan lithium pada hasil ekstraksi seluruhnya dilakukan dengan perhitungan rumus sebagai berikut

$$Total\ Li = \frac{Hasil\ Uji\ ICP}{Hasil\ yang\ dilarutkan} \times Hasil\ seluruhnya \quad (3.1)$$

Karena pada pengujian ICP hasil ekstraksi tidak terdeteksi kandungan litium yang belum bereaksi, maka perhitungan efisiensi dilakukan berdasarkan neraca massa dan menggunakan rumus berikut ini.

$$Efisiensi = \frac{Total\ Li\ yang\ diperoleh}{Li\ dalam\ lumpur} \times 100\% \quad (3.2)$$



*(Halaman ini sengaja dikosongkan)*



## BAB IV

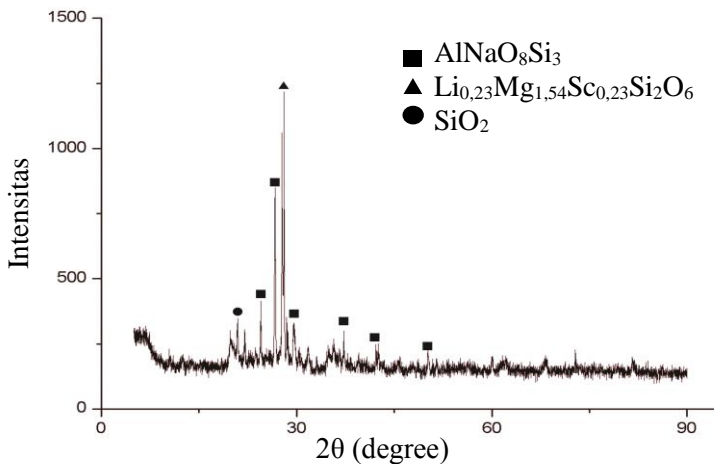
### ANALISA DATA DAN PEMBAHASAN

#### 4.1. Pengujian XRD

Pengujian XRD terhadap Lumpur Sidoarjo dilakukan untuk mengetahui fasa yang ada pada sampel dan hasil ekstraksi pada tiap variabel larutan asam.

##### 4.1.1. Pengujian XRD Sebelum Ekstraksi

**Gambar 4.1** menunjukkan hasil XRD pada lumpur sidoarjo sebelum diekstraksi. Pada gambar 4.1. ditemukan senyawa  $\text{AlNaO}_8\text{Si}_3$  (*albite*) yang sesuai dengan COD (*Crystallography Open Database*) entry no. 96-900-0526 pada peak  $22,06^\circ$ ;  $27,79^\circ$ ;  $28,51^\circ$ ;  $37,31^\circ$ ;  $42,18^\circ$ ,  $50,22^\circ$   $\text{Li}_{0,23}\text{Mg}_{1,54}\text{Sc}_{0,23}\text{Si}_2\text{O}_6$  (*protopyroxene*) sesuai dengan entry no 96-900-2031 pada peak  $28,1^\circ$ ,  $\text{SiO}_2$  (*quartz*) yang sesuai dengan entry no 96-101-1160 pada peak  $20,89^\circ$ . Senyawa – senyawa ini mirip dengan bahan dasar pada penelitian Yan, 2012 yaitu mengandung unsur pengotor berupa *albite* dan *quartz*, namun kandungan litiumnya berupa lepidolite ( $\text{K}(\text{Li}, \text{Al})_3(\text{Si}, \text{Al})_4\text{O}_{10}(\text{F}, \text{OH})_2$ ). (Yan, dkk, 2012)



**Gambar 4.1** Hasil pengujian XRD dari sampel Lumpur Sidoarjo sebelum diekstraksi

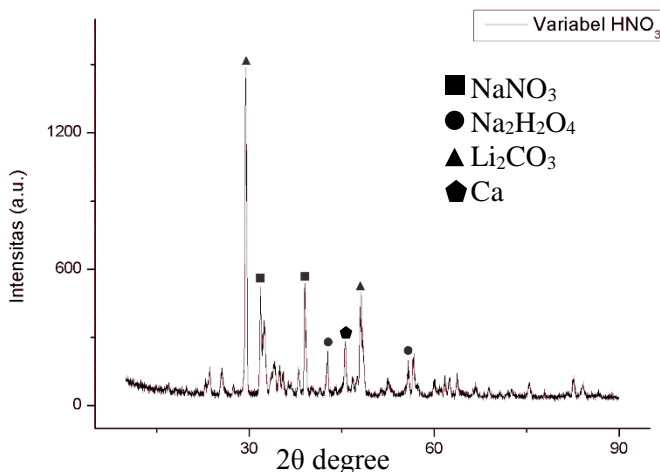


#### 4.1.2. Pengujian XRD Setelah Ekstraksi

**Gambar 4.2** menunjukkan hasil XRD pada lumpur sidoarjo setelah diekstraksi dengan menggunakan variasi larutan asam  $\text{HNO}_3$

Pada gambar 4.2 ditemukan  $\text{NaNO}_3$ ,  $\text{Na}_2\text{H}_2\text{O}_4$ ,  $\text{Li}_2\text{CO}_3$  dan Ca. Pada proses ekstraksi,  $\text{Li}_2\text{CO}_3$  yang ditemukan pada pada hasil XRD tersebut sesuai dengan data COD (*Crystallography Open Database*) entry no 96-900-9642. Hal ini dapat dibuktikan pada peak  $29,47^\circ$ ;  $48,08^\circ$ . Senyawa  $\text{Li}_2\text{CO}_3$  yang ditemukan pada proses ekstraksi ini memiliki struktur kristal berbentuk *monoclinic*.

Pengotor yang terbentuk pada proses Ekstraksi dengan variabel larutan asam  $\text{HNO}_3$  ini yaitu  $\text{Na}_2\text{H}_2\text{O}_4$  (*Thermonatrite*) yang dapat ditunjukkan pada entry no. 96-101-1296 peak  $2\theta$   $42,77^\circ$ ;  $55,94^\circ$ .  $\text{Na}_2\text{H}_2\text{O}_4$  yang terbentuk pada proses ini memiliki struktur kristal *orthorhombic*.



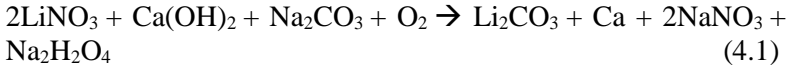
**Gambar 4.2** Hasil ekstraksi dengan larutan asam  $\text{HNO}_3$

Pengotor lain yang terbentuk pada proses ekstraksi variabel larutan asam  $\text{HNO}_3$  ini berupa  $\text{NaNO}_3$  (*Nitratine*) yang dapat ditunjukkan pada entry no. 96-900-7562 peak  $2\theta$   $31,85^\circ$ ;  $39,02^\circ$ .



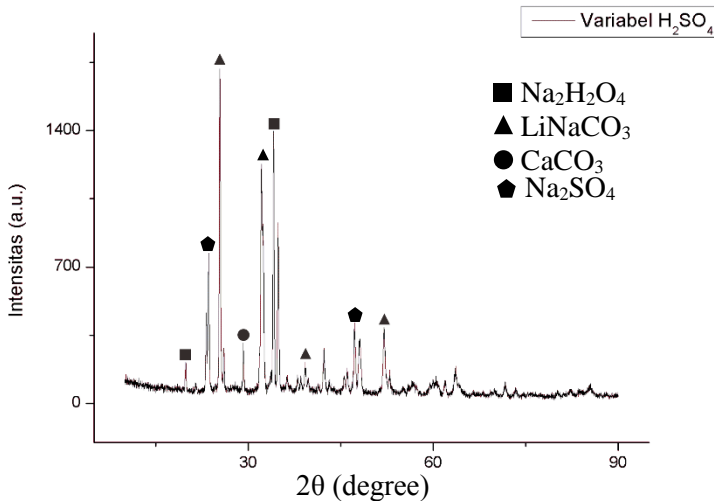
$\text{NaNO}_3$  yang terbentuk pada proses ini memiliki struktur kristal trigonal, kemudian Ca yang dapat ditunjukkan pada *entry no.* 96-900-8490 peak  $2\theta$   $45,56^\circ$ . Ca terbentuk pada proses ini memiliki struktur kristal *hexagonal*.

Adapun terjadinya hasil ekstraksi yang seperti ini terjadi karena adanya reaksi kimia sebagai berikut :



Sesuai pada persamaan reaksi pada 2.18, pada hasil ekstraksi ini  $\text{Li}_2\text{CO}_3$  berhasil terbentuk, masih terdapat pengotor berupa  $\text{NaNO}_3$ ,  $\text{Na}_2\text{H}_2\text{O}_4$  dan Ca meskipun tidak memiliki intensitas peak yang tinggi.

**Gambar 4.3** menunjukkan hasil XRD pada lumpur sidoarjo setelah diekstraksi dengan menggunakan variasi larutan asam  $\text{H}_2\text{SO}_4$



**Gambar 4.3** Hasil ekstraksi dengan larutan asam  $\text{H}_2\text{SO}_4$

Pada gambar 4.3 ditemukan empat senyawa utama yaitu,  $\text{Na}_2\text{H}_2\text{O}_4$ ,  $\text{LiNaCO}_3$ ,  $\text{CaCO}_3$  dan  $\text{Na}_2\text{SO}_4$ . Pada proses ekstraksi,

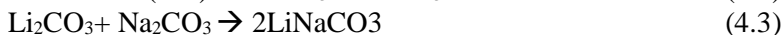
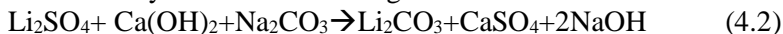


$\text{LiNaCO}_3$  yang ditemukan pada hasil XRD tersebut sesuai dengan data COD (*Crystallography Open Database*) entry no 96-810-3519. Hal ini dapat dibuktikan pada peak  $25,43^\circ$ ;  $32,0^\circ$ ,  $39,2^\circ$ ;  $51,98^\circ$ . Senyawa  $\text{LiNaCO}_3$  yang ditemukan pada proses ekstraksi ini memiliki struktur kristal berbentuk *hexagonal*.

Pengotor yang terbentuk pada proses ekstraksi variabel larutan asam  $\text{H}_2\text{SO}_4$  ini yang pertama berupa  $\text{Na}_2\text{H}_2\text{O}_4$  (*Thermonatrite*) yang dapat ditunjukkan pada entry no. 96-101-1296 peak  $2\theta$   $18,69^\circ$ ;  $34,16^\circ$ .  $\text{Na}_2\text{H}_2\text{O}_4$  yang terbentuk pada proses ini memiliki struktur kristal *orthorhombic*.

Pengotor lainnya yang terbentuk pada proses Ekstraksi dengan variabel larutan asam  $\text{H}_2\text{SO}_4$  ini yaitu  $\text{CaCO}_3$  (*Calcite*) yang dapat ditunjukkan pada entry no. 96-901-4745 peak  $2\theta$   $29,24^\circ$ .  $\text{CaCO}_3$  yang terbentuk pada proses ini memiliki struktur kristal *trigonal*, kemudian  $\text{Na}_2\text{SO}_4$  (*Thernardite*) yang dapat ditunjukkan pada entry no. 96-900-4093 peak  $2\theta$   $23,25^\circ$ ;  $47,26^\circ$ .  $\text{Na}_2\text{SO}_4$  yang terbentuk pada proses ini memiliki struktur kristal *orthorhombic*.

Adapun terjadinya hasil ekstraksi yang seperti ini terjadi karena adanya reaksi kimia sebagai berikut:



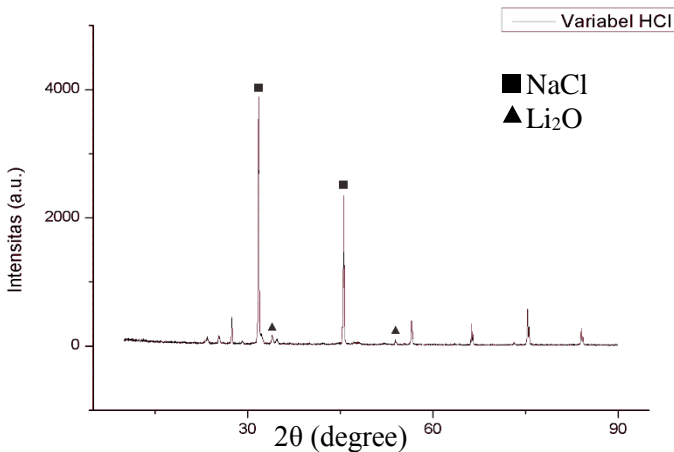
Sesuai pada persamaan reaksi pada 2.19, 2.20 dan 2.21, terbentuknya  $\text{LiNaCO}_3$  diakibatkan penambahan  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  yang berlebih (Dresler, 1998) sehingga terdapat natrium yang bereaksi dengan lithium, pengotor pada hasil ekstraksi ini juga diakibatkan natrium karbonat berlebih yang bereaksi dengan kalsium sulfat sehingga membentuk kalsium karbonat dan natrium sulfat. Harrison (2012)

Pada **Gambar 4.4** ditemukan dua senyawa yaitu,  $\text{NaCl}$  dan  $\text{Li}_2\text{O}$ . Pada proses ekstraksi,  $\text{Li}_2\text{O}$  yang ditemukan pada hasil XRD tersebut sesuai dengan data COD (*Crystallography Open Database*) entry no 96-151-4097. Hal ini dapat dibuktikan pada



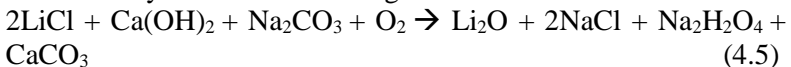
peak 32,24°; 53,85°. Senyawa  $\text{Li}_2\text{O}$  yang ditemukan pada proses ekstraksi ini memiliki struktur kristal berbentuk *cubic*.

Pengotor yang terbentuk berupa  $\text{NaCl}$  (*Halite*) yang dapat ditunjukkan pada entry no 96-900-3310 peak  $2\theta$  31,69°; 45,43°; 75,33°.  $\text{NaCl}$  yang terbentuk pada proses ini memiliki struktur kristal *cubic*.



**Gambar 4.4** Hasil ekstraksi dengan larutan asam HCl

Adapun terjadinya hasil ekstraksi yang seperti ini terjadi karena adanya reaksi kimia sebagai berikut:

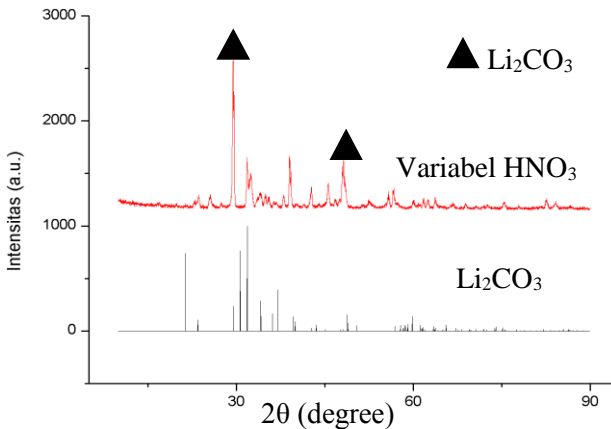


Sesuai pada persamaan reaksi pada 2.22,  $\text{Li}_2\text{O}$  terbentuk pada presentase yang kecil dikarenakan kurangnya penambahan  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  Dresler (1998). Sedangkan  $\text{Na}_2\text{H}_2\text{O}_4$  dan  $\text{CaCO}_3$  tidak muncul pada hasil uji. Hal ini diindikasikan karena zat-zat tersebut tidak mengendap dikarenakan kadar reaktan yang kurang.

Pada **Gambar 4.5** menunjukkan hasil XRD dengan sampel larutan asam  $\text{HNO}_3$  yang menghasilkan  $\text{Li}_2\text{CO}_3$ . Dalam gambar tersebut dikelompokkan peak peak yang sefasa, artinya peak peak



yang memiliki karakteristik yang mirip antara satu dengan yang lain. Peak tersebut sesuai dengan data COD entry no 96-900-9642. Sedangkan pada variabel larutan asam  $\text{H}_2\text{SO}_4$  pada penelitian sebelumnya berhasil membentuk  $\text{Li}_2\text{CO}_3$  namun pada penelitian ini tidak terbentuk, hal ini diindikasikan karena penambahan jumlah reaktan  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  yang berlebih sehingga terbentuk  $\text{LiNaCO}_3$ . Kemudian pada variabel larutan  $\text{HCl}$  tidak terbentuk  $\text{Li}_2\text{CO}_3$  hal ini diindikasikan karena penambahan jumlah reaktan  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  yang kurang sehingga terbentuk  $\text{Li}_2\text{O}$ .



**Gambar 4.5** Hasil pengujian XRD dengan larutan asam  $\text{HNO}_3$  dengan XRD  $\text{Li}_2\text{CO}_3$

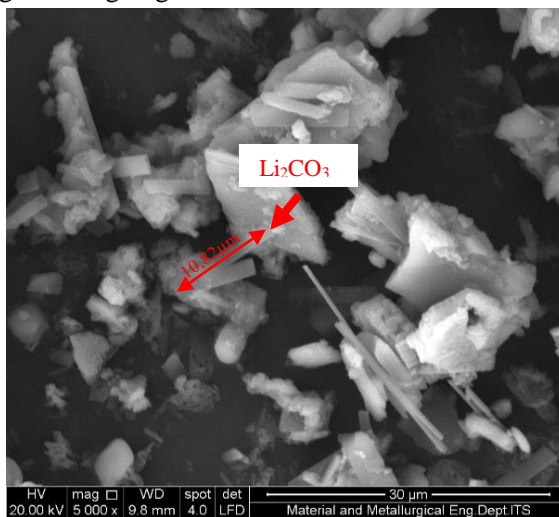
Dari hasil XRD yang dilakukan, penggunaan larutan asam  $\text{HNO}_3$  dan  $\text{H}_2\text{SO}_4$  didapatkan peak yang tinggi pada senyawa Li, namun pada larutan  $\text{HCl}$  peak senyawa Li ditemukan pada intensitas yang rendah.

#### 4.2. Pengujian SEM

Pengujian SEM dilakukan untuk mengetahui ukuran partikel dan morfologi kristal yang terdapat pada serbuk hasil ekstraksi pada tiap variabel larutan asam.



Pada **Gambar 4.6** terlihat morfologi dan bentuk partikel dari hasil proses ekstraksi Lumpur Sidoarjo dengan variabel larutan asam  $\text{HNO}_3$ . Pada gambar tersebut terlihat adanya batang persegi panjang, ada juga yang berbentuk seperti prisma segi enam, ada juga yang berbentuk tidak beraturan, berdasarkan hasil analisis hasil XRD diketahui partikel  $\text{Li}_2\text{CO}_3$  berbentuk balok dengan 3 sumbu yang panjangnya berbeda, sementara partikel  $\text{Na}_2\text{H}_2\text{O}_4$  berbentuk serpihan balok yang presisi, partikel  $\text{Ca}$  berbentuk prisma dengan dua sisi segi enam, kemudian partikel  $\text{NaNO}_3$  berbentuk prisma lancip dengan sisi segitiga. Sehingga berdasarkan hal tersebut dari gambar 4.6. dapat diambil hasil berupa  $\text{Li}_2\text{CO}_3$  yang memiliki bentuk partikel balok persegi panjang dengan ukuran partikel  $\pm 10,82 \mu\text{m}$ . Hal ini juga dapat dibandingkan dengan gambar 2.6

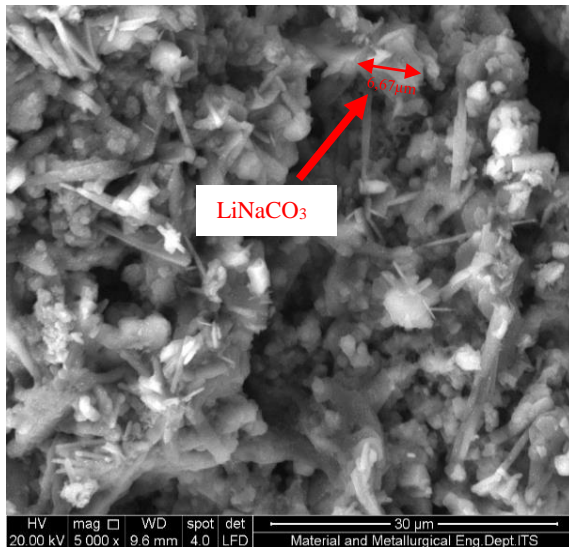


**Gambar 4.6** Morfologi serbuk dari ekstraksi Lumpur Sidoarjo dengan larutan asam  $\text{HNO}_3$ .

Pada **Gambar 4.7** terlihat morfologi dan bentuk partikel dari hasil proses ekstraksi Lumpur Sidoarjo dengan variabel larutan asam  $\text{H}_2\text{SO}_4$ , nampak adanya batang batang memanjang dengan



bentuk segi enam pada dua sisinya, ada pula yang berbentuk kubus, ada juga yang berbentuk tidak beraturan, berdasarkan hasil analisis hasil XRD diketahui partikel  $\text{LiNaCO}_3$  berbentuk prisma dengan dua sisi segi enam, sementara partikel  $\text{Na}_2\text{H}_2\text{O}_4$  dan  $\text{Na}_2\text{SO}_4$  berbentuk serpihan balok yang presisi, partikel  $\text{CaCO}_3$  berbentuk prisma lancip dengan sisi segitiga. Sehingga berdasarkan hal tersebut dari gambar 4.7. dapat diambil hasil berupa partikel  $\text{LiNaCO}_3$  yang memiliki bentuk batang memanjang dengan bentuk segi enam pada dua sisinya dengan ukuran partikel  $\pm 6,67 \mu\text{m}$ . Hal ini juga dapat dibandingkan dengan gambar 2.7



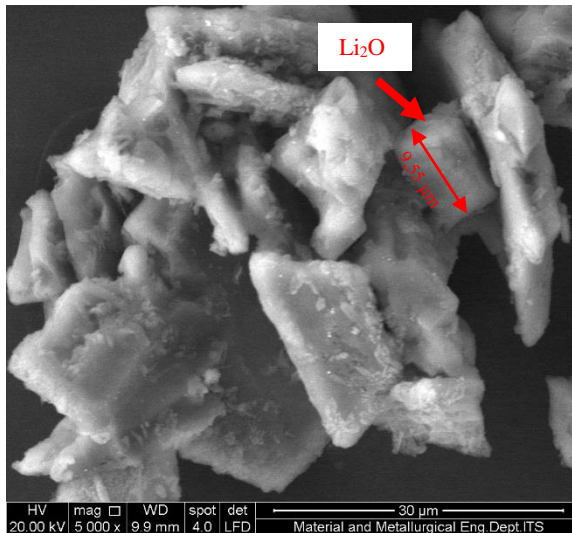
**Gambar 4.7** Morfologi serbuk dari ekstraksi Lumpur Sidoarjo dengan larutan asam  $\text{H}_2\text{SO}_4$

Pada **Gambar 4.8** terlihat morfologi dan bentuk partikel dari hasil proses ekstraksi Lumpur Sidoarjo dengan variabel larutan asam  $\text{HCl}$ , nampak adanya batang batang persegi panjang yang memanjang, ada pula yang berbentuk kubus, ada juga yang berbentuk tidak beraturan, berdasarkan hasil analisis hasil XRD





diketahui partikel  $\text{Li}_2\text{O}$  dan  $\text{NaCl}$  yang berbentuk prisma segi empat dengan sisi persegi. Sehingga berdasarkan hal tersebut dari gambar 4.8. tersebut dapat diambil hasil berupa partikel  $\text{Li}_2\text{O}$  yang memiliki bentuk prisma segi empat dengan sisi persegi dengan ukuran partikel  $\pm 9,55 \mu\text{m}$ . Hal ini juga dapat dibandingkan dengan gambar 2.8



**Gambar 4.8** Morfologi serbuk dari ekstraksi Lumpur Sidoarjo dengan larutan asam HCl

### 4.3. Pengujian ICP

Pengujian ICP terhadap Lumpur Sidoarjo dilakukan bertujuan untuk mengetahui seberapa banyak kandungan Li yang masih belum di ekstraksi. Selain itu, dari pengujian ICP Lumpur Sidoarjo dapat dijadikan tinjauan untuk mengetahui efisiensi dari variasi penambahan waktu milling terhadap ekstraksi Lumpur Sidoarjo.

#### 4.3.1. Pengujian ICP Sebelum Ekstraksi

Pengujian ICP sebelum proses ekstraksi dilakukan untuk mengetahui efesiensi daripada proses ekstraksi. Penelitian ini



menggunakan sampel LPD 2T yang mana posisi titik pengambilan berada jalur aliran lumpur yang dekat dengan pusat semburan, pada hasil pengujian diperoleh kandungan Li 0,208 ppm (mg/L)

#### **4.3.2. Pengujian ICP Setelah Ekstraksi**

Hasil dari pengujian ICP untuk proses ekstraksi Lumpur Sidoarjo menunjukkan seberapa banyak Lithium yang dapat di ambil dari Lumpur Sidoarjo. Hal ini dapat di ketahui melalui sampel yang didapat dari variasi larutan asam  $\text{HNO}_3$ ;  $\text{H}_2\text{SO}_4$  dan  $\text{HCl}$  yang telah di Uji ICP. Preparasi pengujian ICP dilakukan melalui pengambilan hasil ekstraksi yang dilarutkan dalam 20 ml aquades. Larutan kemudian di uji ICP untuk mengetahui seberapa banyak Li yang telah di peroleh melaui proses Ekstraksi Lumpur Sidoarjo yang ditunjukkan pada **Tabel 4.1**

**Tabel 4.1** Uji ICP dari hasil ekstraksi

Larutan Asam	Kandungan Li dalam ppm (mg/L)
$\text{H}_2\text{SO}_4$	0,013
$\text{HNO}_3$	0,022
$\text{HCl}$	0,093

Hasil uji dari ICP merupakan cuplikan dari hasil ekstraksi yang didapat, sehingga untuk mengetahui hasil kandungan lithium pada hasil ekstraksi seluruhnya dilakukan dengan perhitungan pada persamaan 3.1, sehingga dapat dihitung total lithium pada hasil ekstraksi. Hal ini ditunjukkan pada **Tabel 4.2**.

**Tabel 4.2** Total Li pada hasil ekstraksi

Larutan Asam	Hasil Uji ICP ppm (mg/L)	Berat awal sampel yang dilarutkan (gr)	Berat hasil akhir ekstraksi (gr)	Total Li (ppm)
$\text{H}_2\text{SO}_4$	0,013	0,15	1,66	0,1438
$\text{HNO}_3$	0,022	0,15	0,91	0,1334
$\text{HCl}$	0,093	0,15	0,18	0,1116

Total kandungan Li pada hasil ekstraksi keseluruhan yang didapat pada variabel larutan asam  $\text{HNO}_3$  adalah 0,1334 ppm, kemudian pada variabel larutan asam  $\text{H}_2\text{SO}_4$  adalah 0,1438 ppm, selanjutnya pada variabel larutan asam  $\text{HCl}$  adalah 0,116 ppm.



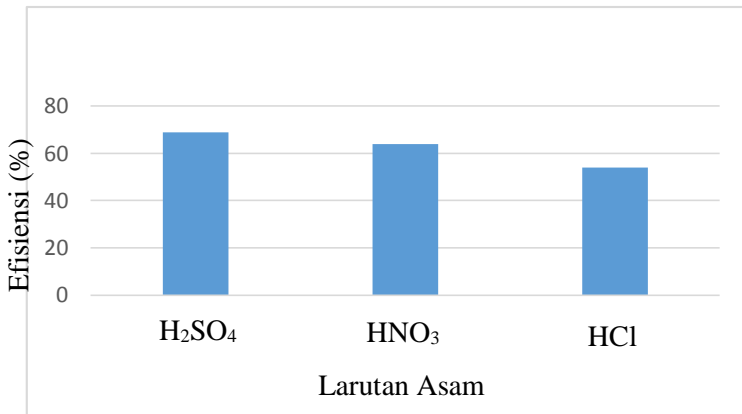
#### 4.3.3. Efisiensi Proses Ekstraksi

Karena pada pengujian ICP hasil ekstraksi tidak terdeteksi kandungan litium yang belum bereaksi, maka perhitungan efisiensi dilakukan berdasarkan neraca massa dan menggunakan persamaan 3.2. Hasil dari total Li pada hasil ekstraksi keseluruhan yang terdapat pada Tabel 4.2 dan kandungan Li lumpur pada pembahasan 4.4.1 digunakan kembali untuk menghitung efisiensi dari proses ekstraksi Lumpur Sidoarjo. Hasil perhitungan efisiensi ditunjukkan pada **Tabel 4.3**.

**Tabel 4.3** Efisiensi pada setiap larutan asam

Larutan Asam	Total Li yang diperoleh (ppm)	Li dalam Lumpur (ppm)	Efisiensi (%)
H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	0,1438	0,208	69
HNO <sub>3</sub>	0,1334	0,208	64
HCl	0,1116	0,208	54

Jadi, didapatkan efisiensi pada variabel larutan asam HNO<sub>3</sub> adalah 64%, kemudian pada variabel larutan asam H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> adalah 69%, selanjutnya pada variabel larutan asam HCl adalah 54%.



**Gambar 4.9** Pengaruh variabel larutan asam pada efisiensi

Dari hasil uji ICP diperoleh bahwa variabel larutan asam HCl memiliki nilai lebih tinggi dibanding variabel yang lain yaitu 0,093 ppm hal ini mengindikasikan bahwa reaksi dengan asam HCl lebih efektif dibandingkan dengan HNO<sub>3</sub> 0,022 ppm dan



$\text{H}_2\text{SO}_4$  0,013 ppm hal ini disebabkan karena perbedaan nilai derajat disosiasi asam atau derajat kelarutan asam ( $\text{pK}_a$ ) pada setiap larutan asam, dimana  $\text{pK}_a$  HCl yaitu -6,3 kemudian  $\text{pK}_a$   $\text{HNO}_3$  yaitu -2 dan  $\text{pK}_a$   $\text{H}_2\text{SO}_4$  yaitu 1,98.  $\text{pK}_a$  berbanding lurus dengan nilai PH yang artinya semakin kecil nilainya maka semakin efektif reaksi, selain itu juga hal ini disebabkan oleh perbedaan potensial reduksi ( $E^\circ$ ) tiap anion dari variabel asam dimana  $E^\circ$  ( $\text{v}$ )  $\text{Cl}^-$  yaitu +1,36 kemudian  $E^\circ$  ( $\text{v}$ )  $\text{NO}_3^-$  yaitu +0,96 dan  $E^\circ$  ( $\text{v}$ )  $\text{SO}_4^{2-}$  yaitu +0,2. Semakin besar nilai potensial reduksi maka anion akan semakin kuat mengikat kation-kation lithium.

Namun, pada variabel larutan asam HCl diperoleh kuantitas hasil ekstraksi yang lebih sedikit yaitu 0,18 gr, sedangkan kuantitas hasil ekstraksi terbanyak diperoleh pada variabel  $\text{H}_2\text{SO}_4$  yaitu 1,66 gr. Ketika dilakukan perhitungan nilai efisiensi, diperoleh paling besar nilainya adalah pada variabel  $\text{H}_2\text{SO}_4$  yaitu 69%, efisiensi yang didapat melebihi angka 66,2 % yang terdapat pada penelitian sebelumnya (Kluksdahl 1986). Perbedaan nilai efisiensi pada tiap variabel larutan asam disebabkan karena perbedaan nilai energi bebas Gibbs pada setiap senyawa lithium yang terbentuk pada tiap variabel larutan asam pada proses leaching yaitu  $\text{LiNO}_3$ ,  $\text{Li}_2\text{SO}_4$  dan  $\text{LiCl}$ . Dimana masing-masing nilainya adalah -389,5 kJ/mol, -1324 kJ/mol dan -384,5 kJ/mol. Sehingga kuantitas hasil ekstraksi yang diperoleh berbeda. Semakin negatif maka reaksi bekerja semakin spontan sehingga menghasilkan kuantitas hasil yang lebih banyak.

## **BAB V**

### **KESIMPULAN DAN SARAN**

#### **5.1 Kesimpulan**

Setelah melakukan penelitian ini dapat disimpulkan bahwa :

1. Ditemukan peak  $\text{Li}_2\text{CO}_3$  dengan bentuk struktur kristal monoclinic dan ukuran partikel  $\pm 10,82 \mu\text{m}$  pada variabel  $\text{HNO}_3$ , peak  $\text{LiNaCO}_3$  dengan bentuk struktur kristal hexagonal dan ukuran partikel  $\pm 6,67 \mu\text{m}$  pada variabel  $\text{H}_2\text{SO}_4$  dan peak  $\text{Li}_2\text{O}$  dengan bentuk struktur kristal cubic dan ukuran partikel  $\pm 9,55 \mu\text{m}$  pada variabel  $\text{HCl}$ . Hal ini disebabkan karena kadar penambahan reaktan  $\text{Na}_2\text{CO}_3$ .
2. Nilai efektifitas reaksi tertinggi pada variabel  $\text{HCl}$  yaitu 0,093 ppm, kedua  $\text{HNO}_3$  0,022 ppm dan ketiga  $\text{H}_2\text{SO}_4$  0,013 ppm, sedangkan nilai efisiensi ekstraksi tertinggi terdapat pada variabel  $\text{H}_2\text{SO}_4$  yaitu 69%, kedua  $\text{HNO}_3$  yaitu 64% dan ketiga  $\text{HCl}$  yaitu 54%. Hal ini disebabkan karena nilai keasaman larutan, potensial reduksi dan energi bebas gibbs senyawa lithium yang terbentuk pada tiap variabel.

#### **5.2 Saran**

Saran yang dapat diberikan untuk penelitian selanjutnya yang berhubungan dengan penelitian ini adalah :

1. Memberikan control agent yang bertujuan untuk menahan senyawa pengotor tidak mempengaruhi dalam proses ekstraksi.
2. Perlu ada perhitungan matematis saat penambahan reaktan sehingga diperoleh kadar yang tepat.
3. Perlu adanya variabel lain yang dijaga stabilitasnya, seperti tempat penyimpanan, kondisi ball mill, kondisi beaker glass, temperatur hot plate



*(Halaman ini sengaja dikosongkan)*

## DAFTAR PUSTAKA

- Amer AM. 2008. *The hydrometallurgical extraction of lithium from Egyptian montmorillonite type clay*. JOM.
- Barik, K.H Park, P.K. Parhi. 2012. *Extraction of Metal Values from Waste Spent Petroleum Catalyst using Acidic Solution. Republic of Korea. University of Science and Technology*.
- Buyukburç A, Koksall G. 2005. *An attempt to minimize the cost of extracting lithium from boron clays through robust process design. Clays Clay Min.*
- Chobey Pankaj, 2017. *Advance review on the exploitation of the prominent energy-storage element Lithium. Part II: From sea water and spent lithium ion batteries (LIBs). South Korea. Korea Institute of Geoscience and Mineral Resources*.
- Crocker L, Lien RH, May JT, Witkowsky DS,. 1988. Seidel DC. *Lithium and its recovery from low-grade Nevada clays. Bureau of Mines, US Department of the Interior, Bulletin 691*
- D'yakov, VA.1996. *Lithium Sodium Carbonate : A New Nonlinear-Optics Crystal. Rusia. International Laser Center, Lomonosov Moscow State University*
- D.W. Jeppson, J.L. Ballif, W.W. Yuan, B.E.Chou.1978. *Lithium Literature Review : Lithiums Properties And Interactions. Hanford Engineering Development Laboratory. U.S. Department of Energy*.
- Distin PA, Phillips CV. 1982. *The acid extraction of lithium from the granites of South West England. Hydrometallurgy*.
- E. Siame, R.D. Pascoe. 2011. *Extraction of lithium from micaceous waste from china clay production. Camborne School of Mines, College of Engineering, Mathematics and Physical Sciences, University of Exeter*.
- Eugene, W. W. L. and Mujumdar, Arun S., 2009, *Gold Extraction and Recovery Processes, Minerals, Metals and Materials Technology Centre (M3TC) Faculty of Engineering, National University of Singapore*

- Harisson, 2017. *Recovery and Recycling of Lithium*. Republic of Korea. Advance Materials and Processing Center.
- Hwang, N., Barron, A.R., 2011. *BET surface area analysis of nanoparticles*. *Connex. Proj.* 1–11.
- Ishimori T, Ueno K. 1981. *Method for recovering lithium from sea water*. Japan Atomic Energy Research Institute, assignee. US patent 4243641.
- Jandova et al, 2010. *Processing of zinnwaldite waste to obtain  $\text{Li}_2\text{CO}_3$* . Czech Republic. Institute of Chemical Technology, Prague.
- Jaskula Brian W., 2013. “Lithium”.U.S. Geological Survey Mineral Commodity Summaries, January 2013, 94-95
- Junmin N, Dongmei Han, Xiaoxi Zuo. 2002. *Recovery of Metal Values from Spent Lithium-ion Batteries with Chemical Deposition and Extraction*. China. Departement of Chemistry.
- Kim, Joon Soo et al, 2014. *Method For Preparing High-Purity Lithium Carbonate From Brine*. South Korea. Korea Institute of Geosciences and Mineral Resources.
- Kluksdahl HE. 1986. *Extraction of lithium from lithiumcontaining materials*. Chevron Research Company, assignee. US patent 4588566; May 13, 1986.
- Labb e JF, Daw G. Panorama. 2013. *du march e du lithium e rapport final BRGM/RP-60460-FR e BRGM*. The French Geological Survey . Paris (France).
- Lee J, Yu SH, Kim C, Sung YE, and Yoon J. 2013. *Highly selective lithium recovery from brine using l-MnO<sub>2</sub>eAg battery*. *Phys Chem Chem Phys*.
- Liu X, Chen X, Zhao Z, and Liang X. 2014. *Effect of Nap on Li extraction from brine using LiFePO<sub>4</sub>/FePO<sub>4</sub> electrodes*. *Hydrometallurgy*.
- Marinkina GA, Zanina AS, Shergina SI, Sokolov IE, and Kotlyarevskii IL. 1992. *Effective extractants for the extraction of lithium from aqueous solutions containing sodium and potassium compounds*. *Bull Russ Acad Sci Div Chem Sci*.



- Murray, HH., 2007. *Applied clay mineralogy*. Elsevier. Department of Geological Sciences Indiana. University Bloomington, Indiana, U.S.A.
- Noerochim, Lukman dan Gede Panca Ady S.. 2014. Pengaruh Waktu Hidrotermal pada Proses Sintesis Lithium Mangan Oksida Spinel ( $\text{LiMn}_2\text{O}_4$ ) Nanopartikel terhadap Efisiensi Adsorpsi dan Desorpsi Ion Lithium dari Lumpur Sidoarjo. Jurnal Teknik POMITS
- Perwira, G, 2014. Analisis Luas Permukaan Arang Aktif Dengan Menggunakan Metode BET (SAA). Semarang.
- Risa Devina Manao, Ronald Alfianto, dan Sumarno. 2012. Recovery garam pada air tua (bittern) dengan metode presipitasi. Jurnal Teknologi Kimia dan Industri.
- Starkey HC. 1982. *The role of clays in fixing lithium*. Geological Survey Bulletin 1278-F. Washington: US Government Printing Office.
- Strelow FWE, Weinert CHSW, and Van Der Walt TN.1974. *Separation of lithium from sodium, beryllium and other elements by cation-exchange chromatography in nitric acid-methanol*. Anal Chim Acta.
- Sulistiyono Eko. 2009. *Study of Lithium Extraction from Brine Water, Bledug Kuwu, Indonesia by The Precipitation Series of Oxalic Acid and Carbonate Sodium*. Banten. UI Research Center
- Takinawa, Wataru., 2011. *The Mechanism of Overpressure Generation in The LUSI Mud Volcano*. E-Proceeding Symposium On Future Lusi. Sidoarjo, 25-26 Mei 2011.BPLS.
- Um, Namil (July 2017). *Hydrometallurgical recovery process of rare earth elements from waste: main application of acid leaching with devised diagram*. INTECH.
- Zbranek V, Bertolli S, and Vargas P. 2013. *Production of lithium and potassium compounds*. Western Lithium Corporation, assignee. US patent 8431005.
- Zhao Z, Si X, Liu X, He L, and Liang X. 2013. *Li extraction from high Mg/Li ratio brine with  $\text{LiFePO}_4/\text{FePO}_4$  as electrode materials*. Hydrometallurgy.

# LAMPIRAN

## Lampiran Hasil XRD dengan software Match

### Variabel Larutan Asam HNO<sub>3</sub>

# Match! Phase Analysis Report

Sample: L2C08 (HNO3)

Sample Data	
File name	L2C08 (HNO3).dat
File path	C:\Users\Ning\Documents\XRD\XRD\HNO3\Sample\Elektronik\L2C08 (HNO3)
Unit collected	Cu K $\alpha$ 1.54060 Å
Unit range	10.00-80° 2 $\theta$
Scan rate	0.05°/min
Step size	0.01°
Reflections calculated	None
Alpha2 $\alpha$ correction	Yes
Scatter factor	No
Unit cell	No
Structure	No
Reference	None
Reference	None

## Matched Phases

Index	Amount (%)	Name	Formula
A	38.1	Indium	Indium
B	20.0	Indium	Indium
C	27.8	Indium	Indium
D	14.1	Indium	Indium
E	20.0	Indium	Indium

### A: Indium (38.1 %)

Formula	Indium
Unit cell	None
Structure	None
Reference	None
Reference	None

### B: Indium (20.0 %)

Formula	Indium
Unit cell	None
Structure	None
Reference	None
Reference	None

### C: Indium (27.8 %)

Formula	Indium
Unit cell	None
Structure	None
Reference	None
Reference	None

### D: Indium (14.1 %)

Formula	Indium
Unit cell	None
Structure	None
Reference	None
Reference	None

Name	Formula	Index	Value
Indium	Indium	1	1.000
Indium	Indium	2	1.000
Indium	Indium	3	1.000
Indium	Indium	4	1.000
Indium	Indium	5	1.000
Indium	Indium	6	1.000
Indium	Indium	7	1.000
Indium	Indium	8	1.000
Indium	Indium	9	1.000
Indium	Indium	10	1.000
Indium	Indium	11	1.000
Indium	Indium	12	1.000
Indium	Indium	13	1.000
Indium	Indium	14	1.000
Indium	Indium	15	1.000
Indium	Indium	16	1.000
Indium	Indium	17	1.000
Indium	Indium	18	1.000
Indium	Indium	19	1.000
Indium	Indium	20	1.000
Indium	Indium	21	1.000
Indium	Indium	22	1.000
Indium	Indium	23	1.000
Indium	Indium	24	1.000
Indium	Indium	25	1.000
Indium	Indium	26	1.000
Indium	Indium	27	1.000
Indium	Indium	28	1.000
Indium	Indium	29	1.000
Indium	Indium	30	1.000
Indium	Indium	31	1.000
Indium	Indium	32	1.000
Indium	Indium	33	1.000
Indium	Indium	34	1.000
Indium	Indium	35	1.000
Indium	Indium	36	1.000
Indium	Indium	37	1.000
Indium	Indium	38	1.000
Indium	Indium	39	1.000
Indium	Indium	40	1.000
Indium	Indium	41	1.000
Indium	Indium	42	1.000
Indium	Indium	43	1.000
Indium	Indium	44	1.000
Indium	Indium	45	1.000
Indium	Indium	46	1.000
Indium	Indium	47	1.000
Indium	Indium	48	1.000
Indium	Indium	49	1.000
Indium	Indium	50	1.000
Indium	Indium	51	1.000
Indium	Indium	52	1.000
Indium	Indium	53	1.000
Indium	Indium	54	1.000
Indium	Indium	55	1.000
Indium	Indium	56	1.000
Indium	Indium	57	1.000
Indium	Indium	58	1.000
Indium	Indium	59	1.000
Indium	Indium	60	1.000
Indium	Indium	61	1.000
Indium	Indium	62	1.000
Indium	Indium	63	1.000
Indium	Indium	64	1.000
Indium	Indium	65	1.000
Indium	Indium	66	1.000
Indium	Indium	67	1.000
Indium	Indium	68	1.000
Indium	Indium	69	1.000
Indium	Indium	70	1.000
Indium	Indium	71	1.000
Indium	Indium	72	1.000
Indium	Indium	73	1.000
Indium	Indium	74	1.000
Indium	Indium	75	1.000
Indium	Indium	76	1.000
Indium	Indium	77	1.000
Indium	Indium	78	1.000
Indium	Indium	79	1.000
Indium	Indium	80	1.000
Indium	Indium	81	1.000
Indium	Indium	82	1.000
Indium	Indium	83	1.000
Indium	Indium	84	1.000
Indium	Indium	85	1.000
Indium	Indium	86	1.000
Indium	Indium	87	1.000
Indium	Indium	88	1.000
Indium	Indium	89	1.000
Indium	Indium	90	1.000
Indium	Indium	91	1.000
Indium	Indium	92	1.000
Indium	Indium	93	1.000
Indium	Indium	94	1.000
Indium	Indium	95	1.000
Indium	Indium	96	1.000
Indium	Indium	97	1.000
Indium	Indium	98	1.000
Indium	Indium	99	1.000
Indium	Indium	100	1.000
Indium	Indium	101	1.000
Indium	Indium	102	1.000
Indium	Indium	103	1.000
Indium	Indium	104	1.000
Indium	Indium	105	1.000
Indium	Indium	106	1.000
Indium	Indium	107	1.000
Indium	Indium	108	1.000
Indium	Indium	109	1.000
Indium	Indium	110	1.000
Indium	Indium	111	1.000
Indium	Indium	112	1.000
Indium	Indium	113	1.000
Indium	Indium	114	1.000
Indium	Indium	115	1.000
Indium	Indium	116	1.000
Indium	Indium	117	1.000
Indium	Indium	118	1.000
Indium	Indium	119	1.000
Indium	Indium	120	1.000
Indium	Indium	121	1.000
Indium	Indium	122	1.000
Indium	Indium	123	1.000
Indium	Indium	124	1.000
Indium	Indium	125	1.000
Indium	Indium	126	1.000
Indium	Indium	127	1.000
Indium	Indium	128	1.000
Indium	Indium	129	1.000
Indium	Indium	130	1.000
Indium	Indium	131	1.000
Indium	Indium	132	1.000
Indium	Indium	133	1.000
Indium	Indium	134	1.000
Indium	Indium	135	1.000
Indium	Indium	136	1.000
Indium	Indium	137	1.000
Indium	Indium	138	1.000
Indium	Indium	139	1.000
Indium	Indium	140	1.000
Indium	Indium	141	1.000
Indium	Indium	142	1.000
Indium	Indium	143	1.000
Indium	Indium	144	1.000
Indium	Indium	145	1.000
Indium	Indium	146	1.000
Indium	Indium	147	1.000
Indium	Indium	148	1.000
Indium	Indium	149	1.000
Indium	Indium	150	1.000
Indium	Indium	151	1.000
Indium	Indium	152	1.000
Indium	Indium	153	1.000
Indium	Indium	154	1.000
Indium	Indium	155	1.000
Indium	Indium	156	1.000
Indium	Indium	157	1.000
Indium	Indium	158	1.000
Indium	Indium	159	1.000
Indium	Indium	160	1.000
Indium	Indium	161	1.000
Indium	Indium	162	1.000
Indium	Indium	163	1.000
Indium	Indium	164	1.000
Indium	Indium	165	1.000
Indium	Indium	166	1.000
Indium	Indium	167	1.000
Indium	Indium	168	1.000
Indium	Indium	169	1.000
Indium	Indium	170	1.000
Indium	Indium	171	1.000
Indium	Indium	172	1.000
Indium	Indium	173	1.000
Indium	Indium	174	1.000
Indium	Indium	175	1.000
Indium	Indium	176	1.000
Indium	Indium	177	1.000
Indium	Indium	178	1.000
Indium	Indium	179	1.000
Indium	Indium	180	1.000
Indium	Indium	181	1.000
Indium	Indium	182	1.000
Indium	Indium	183	1.000
Indium	Indium	184	1.000
Indium	Indium	185	1.000
Indium	Indium	186	1.000
Indium	Indium	187	1.000
Indium	Indium	188	1.000
Indium	Indium	189	1.000
Indium	Indium	190	1.000
Indium	Indium	191	1.000
Indium	Indium	192	1.000
Indium	Indium	193	1.000
Indium	Indium	194	1.000
Indium	Indium	195	1.000
Indium	Indium	196	1.000
Indium	Indium	197	1.000
Indium	Indium	198	1.000
Indium	Indium	199	1.000
Indium	Indium	200	1.000
Indium	Indium	201	1.000
Indium	Indium	202	1.000
Indium	Indium	203	1.000
Indium	Indium	204	1.000
Indium	Indium	205	1.000
Indium	Indium	206	1.000
Indium	Indium	207	1.000
Indium	Indium	208	1.000
Indium	Indium	209	1.000
Indium	Indium	210	1.000
Indium	Indium	211	1.000
Indium	Indium	212	1.000
Indium	Indium	213	1.000
Indium	Indium	214	1.000
Indium	Indium	215	1.000
Indium	Indium	216	1.000
Indium	Indium	217	1.000
Indium	Indium	218	1.000
Indium	Indium	219	1.000
Indium	Indium	220	1.000
Indium	Indium	221	1.000
Indium	Indium	222	1.000
Indium	Indium	223	1.000
Indium	Indium	224	1.000
Indium	Indium	225	1.000
Indium	Indium	226	1.000
Indium	Indium	227	1.000
Indium	Indium	228	1.000
Indium	Indium	229	1.000
Indium	Indium	230	1.000
Indium	Indium	231	1.000
Indium	Indium	232	1.000
Indium	Indium	233	1.000
Indium	Indium	234	1.000
Indium	Indium	235	1.000
Indium	Indium	236	1.000
Indium	Indium	237	1.000
Indium	Indium	238	1.000
Indium	Indium	239	1.000
Indium	Indium	240	1.000
Indium	Indium	241	1.000
Indium	Indium	242	1.000
Indium	Indium	243	1.000
Indium	Indium	244	1.000
Indium	Indium	245	1.000
Indium	Indium	246	1.000
Indium	Indium	247	1.000
Indium	Indium	248	1.000
Indium	Indium	249	1.000
Indium	Indium	250	1.000
Indium	Indium	251	1.000
Indium	Indium	252	1.000
Indium	Indium	253	1.000
Indium	Indium	254	1.000
Indium	Indium	255	1.000
Indium	Indium	256	1.000
Indium	Indium	257	1.000
Indium	Indium	258	1.000
Indium	Indium	259	1.000
Indium	Indium	260	1.000
Indium	Indium	261	1.000
Indium	Indium	262	1.000
Indium	Indium	263	1.000
Indium	Indium	264	1.000
Indium	Indium	265	1.000
Indium	Indium	266	1.000
Indium	Indium	267	1.000
Indium	Indium	268	1.000
Indium	Indium	269	1.000
Indium	Indium	270	1.000
Indium	Indium	271	1.000
Indium	Indium	272	1.000
Indium	Indium	273	1.000
Indium	Indium	274	1.000
Indium	Indium	275	1.000
Indium	Indium	276	1.000
Indium	Indium	277	1.000
Indium	Indium	278	1.000
Indium	Indium	279	1.000
Indium	Indium	280	1.000
Indium	Indium	281	1.000
Indium	Indium	282	1.000
Indium	Indium	283	1.000
Indium	Indium	284	1.000
Indium	Indium	285	1.000
Indium	Indium	286	1.000
Indium	Indium	287	1.000
Indium	Indium	288	1.000
Indium	Indium		

8	12.29	1.1093	15.99	0.2039	
9	12.32	1.1092	17.97	0.2039	
10	12.75	0.94753	17.82	0.2039	
11	13.28	0.86464	19.80	0.2039	
12	13.30	0.71462	19.50	0.2039	
13	13.39	0.62214	20.00	0.2039	
14	14.52	0.31554	19.30	0.2039	
15	14.67	0.31557	22.00	0.2039	
16	17.31	0.20776	28.93	0.2039	C
17	16.36	0.49894	17.15	0.2039	
18	18.93	4.6981	22.94	0.2039	
19	21.44	4.1493	20.75	0.2039	B,C
20	21.89	4.0962	18.44	0.2039	
21	22.17	3.9191	20.08	0.2039	
22	22.86	3.8856	28.16	0.2039	A
23	23.15	3.8425	21.37	0.2039	
24	23.23	3.8268	28.76	0.2039	
25	23.36	3.8268	45.32	0.2039	B,C
26	23.51	3.7893	28.41	0.2039	B
27	23.65	3.7893	19.71	0.2039	
28	23.81	3.7593	28.45	0.2039	
29	23.84	3.7138	27.28	0.2039	
30	24.18	3.6579	22.14	0.2039	
31	24.26	3.6866	21.31	0.2039	
32	24.49	3.6525	23.92	0.2039	
33	24.83	3.6177	23.22	0.2039	
34	24.76	3.5887	19.32	0.2039	
35	24.85	3.5682	21.41	0.2039	
36	26.16	3.5333	24.94	0.2039	
37	25.25	3.5177	23.05	0.2039	
38	26.69	3.4661	44.32	0.2039	
39	25.52	3.4893	19.99	0.2039	
40	25.81	3.4752	66.46	0.2039	
41	26.76	3.4511	16.06	0.2039	
42	25.80	3.4508	41.58	0.2039	D
43	26.51	3.4296	28.68	0.2039	
44	26.11	3.4526	31.39	0.2039	
45	26.33	3.3697	27.13	0.2039	
46	26.90	3.3467	16.43	0.2039	
47	26.89	3.3233	16.88	0.2039	
48	27.39	3.2943	33.87	0.2039	D
49	27.11	3.2896	41.44	0.2039	C
50	27.81	3.2212	22.17	0.2039	C
51	27.89	3.1868	23.18	0.2039	
52	28.86	3.1783	24.71	0.2039	
53	28.16	3.1628	21.20	0.2039	
54	28.93	3.1268	26.94	0.2039	
55	28.75	3.1073	23.14	0.2039	
56	28.85	3.0827	25.41	0.2039	
57	29.62	3.0193	29.72	0.2039	
58	29.14	3.0359	41.86	0.2039	D
59	29.31	3.0649	29.52	0.2039	
60	29.41	3.0347	777.97	0.2039	A
61	29.47	3.0282	1800.00	0.2039	B
62	29.95	3.0197	848.50	0.2039	
63	29.79	2.9866	34.36	0.2039	
64	29.99	2.9993	28.58	0.2039	
65	30.16	2.9652	14.32	0.2039	
66	30.42	2.9547	16.86	0.2039	
67	30.75	2.9067	17.77	0.2039	B
68	31.29	2.8695	16.81	0.2039	
69	31.41	2.8464	25.18	0.2039	
70	31.86	2.8387	26.86	0.2039	
71	31.96	2.8192	962.89	0.2039	
72	31.86	2.8312	215.86	0.2039	A,B
73	31.89	2.7993	214.76	0.2039	
74	32.12	2.7662	162.42	0.2039	
75	32.32	2.7674	963.36	0.2039	
76	32.42	2.7399	211.96	0.2039	
77	32.69	2.7108	198.27	0.2039	C
78	32.76	2.7263	12.23	0.2039	
79	32.83	2.7292	43.58	0.2039	
80	33.10	2.7197	26.91	0.2039	
81	33.37	2.6993	21.54	0.2039	C
82	33.48	2.6738	37.96	0.2039	
83	33.59	2.6993	191.00	0.2039	
84	33.76	2.6693	72.99	0.2039	
85	33.95	2.6457	41.94	0.2039	
86	33.97	2.6452	96.75	0.2039	
87	34.16	2.6253	936.23	0.2039	B,C
88	34.29	2.6164	51.97	0.2039	
89	34.42	2.6054	28.60	0.2039	
90	34.51	2.5987	28.80	0.2039	
91	34.71	2.5827	21.01	0.2039	
92	34.96	2.5666	43.86	0.2039	
93	36.11	2.4912	62.80	0.2039	
94	36.24	2.4648	43.84	0.2039	C
95	36.59	2.5362	43.02	0.2039	A
96	36.54	2.5262	75.89	0.2039	
97	36.80	2.5159	63.00	0.2039	
98	36.82	2.5061	32.89	0.2039	
99	36.81	2.4822	28.79	0.2039	B
100	36.21	2.4766	30.19	0.2039	
101	36.55	2.4887	47.90	0.2039	
102	36.45	2.4752	16.84	0.2039	
103	36.76	2.4496	42.16	0.2039	C
104	36.89	2.4263	20.00	0.2039	
105	37.82	2.4281	26.34	0.2039	B
106	37.15	2.4196	27.47	0.2039	
107	37.36	2.4066	28.01	0.2039	
108	37.15	2.3945	22.73	0.2039	C
109	37.86	2.3892	62.62	0.2039	C,D
110	38.36	2.3629	66.54	0.2039	
111	38.21	2.3532	23.91	0.2039	
112	38.47	2.3362	25.40	0.2039	
113	38.81	2.3205	26.44	0.2039	
114	38.89	2.3113	53.64	0.2039	
115	39.12	2.2987	318.93	0.2039	A
116	38.76	2.2872	532.38	0.2039	
117	39.39	2.2989	198.57	0.2039	
118	39.49	2.2794	56.33	0.2039	
119	39.89	2.2993	18.16	0.2039	B
120	39.87	2.2541	22.19	0.2039	B
121	40.11	2.2482	31.87	0.2039	C
122	40.44	2.2291	26.52	0.2039	
123	41.28	2.1961	16.81	0.2039	
124	41.47	2.1757	32.87	0.2039	C
125	41.83	2.1577	20.86	0.2039	
126	40.76	2.1629	17.68	0.2039	
127	42.31	2.1314	38.53	0.2039	
128	40.86	2.1299	22.17	0.2039	A
129	42.93	2.1254	69.89	0.2039	
130	42.77	2.1153	94.08	0.2039	B,C
131	43.36	2.0916	17.81	0.2039	
132	42.77	2.0886	29.86	0.2039	
133	43.86	2.0989	28.86	0.2039	C
134	44.16	2.0963	29.25	0.2039	
135	44.65	2.0387	23.19	0.2039	C
136	44.89	2.0262	21.60	0.2039	
137	45.82	2.0229	26.21	0.2039	
138	46.87	2.0453	15.36	0.2039	B
139	45.11	2.0393	37.81	0.2039	
140	46.26	2.0193	17.49	0.2039	
141	46.42	1.9981	53.34	0.2039	C
142	46.89	1.9806	999.98	0.2039	D
143	46.79	1.9939	91.19	0.2039	C

146	-85.80	1.8796	28.76	0.2109	
146	-85.85	1.8792	22.20	0.2109	
146	-85.76	1.8808	28.37	0.2109	
147	-85.29	1.9398	25.43	0.2109	C
148	-86.86	1.8604	33.26	0.2109	A
149	-86.75	1.9403	57.98	0.2109	
150	-85.91	1.9551	52.11	0.2109	
151	-87.99	1.8244	28.34	0.2109	
152	-87.30	1.8244	58.21	0.2109	
153	-87.44	1.8548	33.14	0.2109	C
154	-87.95	1.9185	87.52	0.2109	B
156	-87.89	1.8536	26.98	0.2109	
156	-87.94	1.9385	83.79	0.2109	C
157	-87.94	1.8851	242.89	0.2109	A/C
158	-88.85	1.8313	85.26	0.2109	B
159	-88.27	1.8343	257.44	0.2109	
160	-88.42	1.8752	157.17	0.2109	A/B
161	-88.37	1.8125	93.98	0.2109	C
162	-88.74	1.8887	42.86	0.2109	B/C
163	-88.85	1.8545	23.75	0.2109	
164	-88.94	1.8361	19.87	0.2109	
166	-88.82	1.8381	22.98	0.2109	D
166	-88.87	1.8323	18.38	0.2109	
167	-88.53	1.8161	18.98	0.2109	B
168	-88.53	1.8349	18.12	0.2109	C
169	-87.29	1.7788	21.30	0.2109	C
170	-81.82	1.7723	27.20	0.2109	
171	-81.81	1.7623	27.06	0.2109	C
172	-82.85	1.7549	26.43	0.2109	
173	-82.85	1.7403	41.12	0.2109	D
174	-82.82	1.7175	28.44	0.2109	C
175	-82.89	1.7285	21.34	0.2109	
176	-83.37	1.7262	19.80	0.2109	D
177	-83.22	1.7198	22.94	0.2109	C
178	-84.48	1.7118	23.38	0.2109	
179	-85.24	1.6915	27.35	0.2109	C/D
180	-85.17	1.6579	28.47	0.2109	
181	-85.73	1.6488	13.98	0.2109	A
182	-85.81	1.6458	65.20	0.2109	
183	-86.81	1.6326	47.88	0.2109	C
184	-86.37	1.6385	18.12	0.2109	C
186	-86.34	1.6318	21.06	0.2109	
186	-86.45	1.6326	28.38	0.2109	A/D
187	-86.85	1.6233	102.20	0.2109	
188	-86.89	1.6231	82.38	0.2109	B/C
189	-86.85	1.6155	43.35	0.2109	
190	-87.22	1.6087	36.38	0.2109	C
191	-87.35	1.6047	23.33	0.2109	
192	-87.82	1.6178	28.39	0.2109	B/E
193	-88.82	1.5426	47.88	0.2109	A/B-C
194	-86.76	1.5371	44.48	0.2109	
195	-86.85	1.5255	17.57	0.2109	C/D
196	-86.85	1.5276	18.46	0.2109	
197	-86.86	1.5188	28.76	0.2109	A
198	-87.12	1.5153	18.46	0.2109	B
199	-81.86	1.4933	63.76	0.2109	A/B-C
200	-81.81	1.4985	59.30	0.2109	B/C
201	-82.86	1.4978	18.38	0.2109	A
202	-82.89	1.4933	47.04	0.2109	C
203	-86.86	1.4938	28.18	0.2109	A/B
204	-83.85	1.4898	24.87	0.2109	
205	-83.83	1.4917	21.63	0.2109	B/C
206	-86.32	1.4982	38.34	0.2109	C
207	-86.37	1.4987	17.26	0.2109	
208	-86.79	1.4915	43.01	0.2109	A
209	-86.84	1.4985	21.49	0.2109	B
210	-86.86	1.4927	38.23	0.2109	A/E
211	-78.85	1.5247	21.43	0.2109	A/B-C
212	-71.86	1.5192	21.42	0.2109	B/D
213	-73.83	1.5302	32.46	0.2109	A/B-D
214	-73.84	1.2803	18.79	0.2109	C
216	-75.73	1.2809	47.10	0.2109	D
217	-75.13	1.2847	14.96	0.2109	B
218	-77.82	1.2283	18.32	0.2109	A/C
219	-77.82	1.2249	29.26	0.2109	B/C
220	-81.43	1.1912	18.98	0.2109	A/B-C/D
221	-81.84	1.1784	17.28	0.2109	C
222	-81.86	1.1768	17.47	0.2109	B/C
223	-82.41	1.1955	38.38	0.2109	A/B
224	-82.83	1.1879	38.98	0.2109	
225	-82.83	1.1958	68.13	0.2109	C
226	-82.76	1.1861	18.91	0.2109	C
227	-83.35	1.1884	19.88	0.2109	B/C
228	-83.72	1.1547	18.11	0.2109	A/B-C
229	-83.86	1.1517	36.38	0.2109	
230	-84.35	1.1555	43.23	0.2109	
231	-84.21	1.1688	47.21	0.2109	C/D
232	-84.75	1.1428	18.98	0.2109	B/C
233	-86.86	1.1383	18.90	0.2109	C
234	-86.85	1.1342	29.08	0.2109	B/C
235	-85.75	1.1426	17.17	0.2109	
236	-86.85	1.1285	17.08	0.2109	
237	-88.23	1.1219	28.11	0.2109	B/C
238	-86.82	1.1203	29.26	0.2109	A/B
239	-86.86	1.1223	38.26	0.2109	
240	-86.71	1.1215	17.07	0.2109	
241	-87.83	1.1185	28.38	0.2109	B
242	-87.78	1.1175	21.49	0.2109	D
243	-87.76	1.1161	18.46	0.2109	
244	-87.34	1.1153	23.10	0.2109	
246	-87.87	1.1152	28.80	0.2109	B/C
246	-87.87	1.1152	18.32	0.2109	C
247	-86.37	1.1087	18.37	0.2109	

Calculated versus reference or I00 not coverage.

## Retiweid Refinement using FullProf

### Integrated Profile Areas

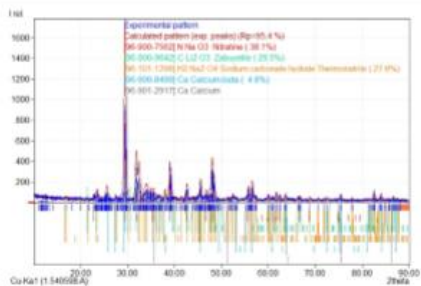
#### Based on calculated profile

Profile area	Counts	Amount
Overall reflection profile	335815	100.00%
Background estimate	11571.2	3.18%
Diffraction peaks	188863	56.24%
Peak area belonging to selected phases	113364.4	33.17%
Peak area of phase A (Bathnet)	47055	12.00%
Peak area of phase B (Gibbsite)	28714	8.56%
Peak area of phase C (Gibbsite carbonate hydrate (hemimorphite))	34849	10.14%
Peak area of phase D (Calcium sulfate)	73808	4.15%
Unidentified peak area	97527	28.98%

### Peak Residuals

Peak data	Counts	Amount
Overall peak intensity	8997	100.00%
Peak intensity belonging to selected phases	9362	20.60%
Unidentified peak intensity	2885	75.88%

### Diffraction Pattern Graphics



Model Copyright © 2003-2011 CRISTAL, TMACET, Duesen, Germany



12	18.889	4.7033	19.06	0.2080	A
13	18.385	4.5733	19.00	0.2080	B
14	18.493	4.5733	19.06	0.2080	
15	18.811	4.6228	19.06	0.2080	
16	18.750	4.4993	18.58	0.2080	
17	18.866	4.4993	18.66	0.2080	
18	18.931	4.4952	19.12	0.2080	
19	20.142	4.4987	19.33	0.2080	
20	20.355	4.3222	19.00	0.2080	
21	20.375	4.2885	19.33	0.2080	
22	20.895	4.2649	19.20	0.2080	
23	21.255	4.2579	19.58	0.2080	
24	21.339	4.1916	19.08	0.2080	
25	21.458	4.1916	19.03	0.2080	A
26	21.463	4.1908	18.92	0.2080	C
27	21.344	3.9267	19.10	0.2080	
28	22.481	3.8189	19.07	0.2080	D
29	23.285	3.8222	20.57	0.2080	
30	23.441	3.7879	19.03	0.2080	A
31	23.531	3.7784	19.03	0.2080	
32	23.621	3.7593	18.98	0.2080	
33	23.889	3.7671	19.07	0.2080	
34	23.811	3.7593	18.97	0.2080	
35	23.889	3.7784	19.01	0.2080	
36	24.311	3.6581	19.30	0.2080	
37	24.455	3.6583	19.03	0.2080	
38	24.485	3.6342	18.23	0.2080	
39	24.451	3.5737	18.57	0.2080	
40	25.881	3.5689	18.78	0.2080	
41	25.795	3.5581	19.09	0.2080	
42	26.421	3.4889	19.09	0.2080	C
43	25.871	3.4714	19.28	0.2080	
44	25.771	3.4549	19.07	0.2080	
45	25.821	3.4222	18.42	0.2080	
46	26.381	3.4507	19.34	0.2080	
47	26.371	3.3789	19.14	0.2080	
48	26.344	3.3553	19.33	0.2080	
49	26.721	3.3352	19.78	0.2080	
50	27.781	3.2717	19.54	0.2080	
51	27.499	3.2678	19.40	0.2080	A
52	27.871	3.2217	18.38	0.2080	A
53	27.871	3.2258	19.58	0.2080	
54	27.781	3.1884	17.64	0.2080	B
55	28.751	3.1884	19.03	0.2080	
56	28.889	3.0883	18.38	0.2080	B
57	28.249	3.0919	19.09	0.2080	D
58	31.881	2.8283	19.17	0.2080	
59	31.881	2.8379	19.31	0.2080	
60	32.871	2.7987	19.55	0.2080	C
61	33.781	2.7862	19.84	0.2080	
62	32.871	2.7887	18.84	0.2080	
63	33.321	2.7883	19.21	0.2080	
64	32.401	2.7889	19.09	0.2080	A
65	32.401	2.7889	19.21	0.2080	
66	32.401	2.7889	19.21	0.2080	
67	32.401	2.7889	19.21	0.2080	
68	32.401	2.7889	19.21	0.2080	
69	32.401	2.7889	19.21	0.2080	
70	32.401	2.7889	19.21	0.2080	
71	32.401	2.7889	19.21	0.2080	
72	32.401	2.7889	19.21	0.2080	
73	32.401	2.7889	19.21	0.2080	
74	32.401	2.7889	19.21	0.2080	
75	32.401	2.7889	19.21	0.2080	
76	32.401	2.7889	19.21	0.2080	
77	32.401	2.7889	19.21	0.2080	
78	32.401	2.7889	19.21	0.2080	
79	32.401	2.7889	19.21	0.2080	
80	32.401	2.7889	19.21	0.2080	
81	32.401	2.7889	19.21	0.2080	
82	32.401	2.7889	19.21	0.2080	
83	32.401	2.7889	19.21	0.2080	
84	32.401	2.7889	19.21	0.2080	
85	32.401	2.7889	19.21	0.2080	
86	32.401	2.7889	19.21	0.2080	
87	32.401	2.7889	19.21	0.2080	
88	32.401	2.7889	19.21	0.2080	
89	32.401	2.7889	19.21	0.2080	
90	32.401	2.7889	19.21	0.2080	
91	32.401	2.7889	19.21	0.2080	
92	32.401	2.7889	19.21	0.2080	
93	32.401	2.7889	19.21	0.2080	
94	32.401	2.7889	19.21	0.2080	
95	32.401	2.7889	19.21	0.2080	
96	32.401	2.7889	19.21	0.2080	
97	32.401	2.7889	19.21	0.2080	
98	32.401	2.7889	19.21	0.2080	
99	32.401	2.7889	19.21	0.2080	
100	32.401	2.7889	19.21	0.2080	
101	32.401	2.7889	19.21	0.2080	
102	32.401	2.7889	19.21	0.2080	
103	32.401	2.7889	19.21	0.2080	
104	32.401	2.7889	19.21	0.2080	
105	32.401	2.7889	19.21	0.2080	
106	32.401	2.7889	19.21	0.2080	
107	32.401	2.7889	19.21	0.2080	
108	32.401	2.7889	19.21	0.2080	
109	32.401	2.7889	19.21	0.2080	
110	32.401	2.7889	19.21	0.2080	
111	32.401	2.7889	19.21	0.2080	
112	32.401	2.7889	19.21	0.2080	
113	32.401	2.7889	19.21	0.2080	
114	32.401	2.7889	19.21	0.2080	
115	32.401	2.7889	19.21	0.2080	
116	32.401	2.7889	19.21	0.2080	
117	32.401	2.7889	19.21	0.2080	
118	32.401	2.7889	19.21	0.2080	
119	32.401	2.7889	19.21	0.2080	
120	32.401	2.7889	19.21	0.2080	
121	32.401	2.7889	19.21	0.2080	
122	32.401	2.7889	19.21	0.2080	
123	32.401	2.7889	19.21	0.2080	
124	32.401	2.7889	19.21	0.2080	
125	32.401	2.7889	19.21	0.2080	
126	32.401	2.7889	19.21	0.2080	
127	32.401	2.7889	19.21	0.2080	
128	32.401	2.7889	19.21	0.2080	
129	32.401	2.7889	19.21	0.2080	
130	32.401	2.7889	19.21	0.2080	
131	32.401	2.7889	19.21	0.2080	
132	32.401	2.7889	19.21	0.2080	
133	32.401	2.7889	19.21	0.2080	
134	32.401	2.7889	19.21	0.2080	
135	32.401	2.7889	19.21	0.2080	
136	32.401	2.7889	19.21	0.2080	
137	32.401	2.7889	19.21	0.2080	
138	32.401	2.7889	19.21	0.2080	
139	32.401	2.7889	19.21	0.2080	
140	32.401	2.7889	19.21	0.2080	
141	32.401	2.7889	19.21	0.2080	
142	32.401	2.7889	19.21	0.2080	
143	32.401	2.7889	19.21	0.2080	
144	32.401	2.7889	19.21	0.2080	
145	32.401	2.7889	19.21	0.2080	
146	32.401	2.7889	19.21	0.2080	
147	32.401	2.7889	19.21	0.2080	
148	32.401	2.7889	19.21	0.2080	
149	32.401	2.7889	19.21	0.2080	
150	32.401	2.7889	19.21	0.2080	
151	32.401	2.7889	19.21	0.2080	
152	32.401	2.7889	19.21	0.2080	
153	32.401	2.7889	19.21	0.2080	
154	32.401	2.7889	19.21	0.2080	
155	32.401	2.7889	19.21	0.2080	
156	32.401	2.7889	19.21	0.2080	
157	32.401	2.7889	19.21	0.2080	
158	32.401	2.7889	19.21	0.2080	
159	32.401	2.7889	19.21	0.2080	
160	32.401	2.7889	19.21	0.2080	
161	32.401	2.7889	19.21	0.2080	
162	32.401	2.7889	19.21	0.2080	
163	32.401	2.7889	19.21	0.2080	
164	32.401	2.7889	19.21	0.2080	
165	32.401	2.7889	19.21	0.2080	
166	32.401	2.7889	19.21	0.2080	
167	32.401	2.7889	19.21	0.2080	
168	32.401	2.7889	19.21	0.2080	
169	32.401	2.7889	19.21	0.2080	
170	32.401	2.7889	19.21	0.2080	
171	32.401	2.7889	19.21	0.2080	
172	32.401	2.7889	19.21	0.2080	
173	32.401	2.7889	19.21	0.2080	
174	32.401	2.7889	19.21	0.2080	
175	32.401	2.7889	19.21	0.2080	
176	32.401	2.7889	19.21	0.2080	
177	32.401	2.7889	19.21	0.2080	
178	32.401	2.7889	19.21	0.2080	
179	32.401	2.7889	19.21	0.2080	
180	32.401	2.7889	19.21	0.2080	
181	32.401	2.7889	19.21	0.2080	
182	32.401	2.7889	19.21	0.2080	
183	32.401	2.7889	19.21	0.2080	
184	32.401	2.7889	19.21	0.2080	
185	32.401	2.7889	19.21	0.2080	
186	32.401	2.7889	19.21	0.2080	
187	32.401	2.7889	19.21	0.2080	
188	32.401	2.7889	19.21	0.2080	
189	32.401	2.7889	19.21	0.2080	
190	32.401	2.7889	19.21	0.2080	
191	32.401	2.7889	19.21	0.2080	
192	32.401	2.7889	19.21	0.2080	
193	32.401	2.7889	19.21	0.2080	
194	32.401	2.7889	19.21	0.2080	
195	32.401	2.7889	19.21	0.2080	
196	32.401	2.7889	19.21	0.2080	
197	32.401	2.7889	19.21	0.2080	
198	32.401	2.7889	19.21	0.2080	
199	32.401	2.7889	19.21	0.2080	
200	32.401	2.7889	19.21	0.2080	

108	52.20	1.7189	86.94	0.2089	A
109	52.44	1.7424	44.16	0.2085	
110	52.87	1.7589	20.82	0.2089	A,B
111	52.90	1.7597	03.37	0.2085	
112	53.52	1.7989	37.37	0.2089	
113	53.25	1.7817	27.19	0.2085	A
114	53.42	1.7931	17.40	0.2085	
116	53.52	1.7939	19.09	0.2089	
116	53.71	1.7951	14.52	0.2085	
117	54.36	1.8261	19.81	0.2089	A,C
118	55.35	1.8689	23.52	0.2085	A
118	56.23	1.8919	19.09	0.2089	A,B
119	56.34	1.8951	08.47	0.2085	C
111	56.11	1.8924	21.16	0.2085	A
112	56.36	1.9131	29.39	0.2089	A
113	56.17	1.9255	44.80	0.2085	D
114	56.36	1.9161	41.34	0.2089	A
115	57.35	1.9532	28.32	0.2089	A,C
116	57.28	1.9509	42.32	0.2089	A,B,D
117	57.35	1.9589	44.33	0.2085	D
118	57.81	1.9899	11.82	0.2089	A,B
119	58.16	1.9939	16.47	0.2089	A
119	58.65	1.9327	43.17	0.2085	B
111	58.82	1.9486	16.16	0.2089	
112	58.74	1.9489	28.28	0.2089	
113	58.89	1.9532	32.17	0.2089	A
114	59.32	1.9452	43.30	0.2089	A
115	60.17	1.9389	27.84	0.2089	A,B,C
116	60.44	1.9512	42.86	0.2089	
117	60.82	1.9282	28.57	0.2085	A,C,D
118	60.76	1.9273	32.13	0.2089	A,C,D
119	60.84	1.9381	29.09	0.2085	A,B
120	61.85	1.9867	42.33	0.2089	A,B
111	62.35	1.9964	03.52	0.2085	
112	62.36	1.9709	11.27	0.2089	A,D
113	62.30	1.9519	28.37	0.2085	B
114	62.45	1.9553	54.19	0.2089	
115	63.51	1.9552	18.34	0.2089	A
116	63.85	1.9355	19.37	0.2085	
117	63.81	1.9511	28.36	0.2089	A
118	64.34	1.9329	29.38	0.2089	
119	64.21	1.9489	27.26	0.2089	
120	64.33	1.9487	25.40	0.2089	D
111	64.36	1.9169	11.38	0.2089	A,B
112	64.29	1.9389	22.30	0.2089	A,C
113	64.89	1.9489	18.11	0.2085	D
114	64.89	1.9331	29.38	0.2089	A
115	65.39	1.9385	17.15	0.2089	A
116	65.81	1.9279	16.30	0.2089	A,B,C
117	65.84	1.9131	38.36	0.2089	
118	65.81	1.9169	38.17	0.2089	
119	65.81	1.9169	19.33	0.2085	A
120	65.81	1.9169	19.33	0.2089	A
121	65.81	1.9169	19.33	0.2089	A
122	65.81	1.9169	19.33	0.2089	A
123	65.81	1.9169	19.33	0.2089	A
124	65.81	1.9169	19.33	0.2089	A
125	65.81	1.9169	19.33	0.2089	A
126	65.81	1.9169	19.33	0.2089	A
127	65.81	1.9169	19.33	0.2089	A
128	65.81	1.9169	19.33	0.2089	A
129	65.81	1.9169	19.33	0.2089	A
130	65.81	1.9169	19.33	0.2089	A
131	65.81	1.9169	19.33	0.2089	A
132	65.81	1.9169	19.33	0.2089	A
133	65.81	1.9169	19.33	0.2089	A
134	65.81	1.9169	19.33	0.2089	A
135	65.81	1.9169	19.33	0.2089	A
136	65.81	1.9169	19.33	0.2089	A
137	65.81	1.9169	19.33	0.2089	A
138	65.81	1.9169	19.33	0.2089	A
139	65.81	1.9169	19.33	0.2089	A
140	65.81	1.9169	19.33	0.2089	A
141	65.81	1.9169	19.33	0.2089	A
142	65.81	1.9169	19.33	0.2089	A
143	65.81	1.9169	19.33	0.2089	A
144	65.81	1.9169	19.33	0.2089	A
145	65.81	1.9169	19.33	0.2089	A
146	65.81	1.9169	19.33	0.2089	A
147	65.81	1.9169	19.33	0.2089	A
148	65.81	1.9169	19.33	0.2089	A
149	65.81	1.9169	19.33	0.2089	A
150	65.81	1.9169	19.33	0.2089	A
151	65.81	1.9169	19.33	0.2089	A
152	65.81	1.9169	19.33	0.2089	A
153	65.81	1.9169	19.33	0.2089	A
154	65.81	1.9169	19.33	0.2089	A
155	65.81	1.9169	19.33	0.2089	A
156	65.81	1.9169	19.33	0.2089	A
157	65.81	1.9169	19.33	0.2089	A
158	65.81	1.9169	19.33	0.2089	A
159	65.81	1.9169	19.33	0.2089	A
160	65.81	1.9169	19.33	0.2089	A
161	65.81	1.9169	19.33	0.2089	A
162	65.81	1.9169	19.33	0.2089	A
163	65.81	1.9169	19.33	0.2089	A
164	65.81	1.9169	19.33	0.2089	A
165	65.81	1.9169	19.33	0.2089	A
166	65.81	1.9169	19.33	0.2089	A
167	65.81	1.9169	19.33	0.2089	A
168	65.81	1.9169	19.33	0.2089	A
169	65.81	1.9169	19.33	0.2089	A
170	65.81	1.9169	19.33	0.2089	A
171	65.81	1.9169	19.33	0.2089	A
172	65.81	1.9169	19.33	0.2089	A
173	65.81	1.9169	19.33	0.2089	A
174	65.81	1.9169	19.33	0.2089	A
175	65.81	1.9169	19.33	0.2089	A
176	65.81	1.9169	19.33	0.2089	A
177	65.81	1.9169	19.33	0.2089	A
178	65.81	1.9169	19.33	0.2089	A
179	65.81	1.9169	19.33	0.2089	A
180	65.81	1.9169	19.33	0.2089	A
181	65.81	1.9169	19.33	0.2089	A
182	65.81	1.9169	19.33	0.2089	A
183	65.81	1.9169	19.33	0.2089	A
184	65.81	1.9169	19.33	0.2089	A
185	65.81	1.9169	19.33	0.2089	A
186	65.81	1.9169	19.33	0.2089	A
187	65.81	1.9169	19.33	0.2089	A
188	65.81	1.9169	19.33	0.2089	A
189	65.81	1.9169	19.33	0.2089	A
190	65.81	1.9169	19.33	0.2089	A
191	65.81	1.9169	19.33	0.2089	A
192	65.81	1.9169	19.33	0.2089	A
193	65.81	1.9169	19.33	0.2089	A
194	65.81	1.9169	19.33	0.2089	A
195	65.81	1.9169	19.33	0.2089	A
196	65.81	1.9169	19.33	0.2089	A
197	65.81	1.9169	19.33	0.2089	A
198	65.81	1.9169	19.33	0.2089	A
199	65.81	1.9169	19.33	0.2089	A
200	65.81	1.9169	19.33	0.2089	A
201	65.81	1.9169	19.33	0.2089	A
202	65.81	1.9169	19.33	0.2089	A
203	65.81	1.9169	19.33	0.2089	A
204	65.81	1.9169	19.33	0.2089	A
205	65.81	1.9169	19.33	0.2089	A
206	65.81	1.9169	19.33	0.2089	A
207	65.81	1.9169	19.33	0.2089	A
208	65.81	1.9169	19.33	0.2089	A
209	65.81	1.9169	19.33	0.2089	A
210	65.81	1.9169	19.33	0.2089	A
211	65.81	1.9169	19.33	0.2089	A
212	65.81	1.9169	19.33	0.2089	A
213	65.81	1.9169	19.33	0.2089	A
214	65.81	1.9169	19.33	0.2089	A
215	65.81	1.9169	19.33	0.2089	A
216	65.81	1.9169	19.33	0.2089	A
217	65.81	1.9169	19.33	0.2089	A
218	65.81	1.9169	19.33	0.2089	A
219	65.81	1.9169	19.33	0.2089	A
220	65.81	1.9169	19.33	0.2089	A
221	65.81	1.9169	19.33	0.2089	A
222	65.81	1.9169	19.33	0.2089	A
223	65.81	1.9169	19.33	0.2089	A
224	65.81	1.9169	19.33	0.2089	A
225	65.81	1.9169	19.33	0.2089	A
226	65.81	1.9169	19.33	0.2089	A
227	65.81	1.9169	19.33	0.2089	A
228	65.81	1.9169	19.33	0.2089	A
229	65.81	1.9169	19.33	0.2089	A
230	65.81	1.9169	19.33	0.2089	A
231	65.81	1.9169	19.33	0.2089	A
232	65.81	1.9169	19.33	0.2089	A
233	65.81	1.9169	19.33	0.2089	A
234	65.81	1.9169	19.33	0.2089	A
235	65.81	1.9169	19.33	0.2089	A
236	65.81	1.9169	19.33	0.2089	A
237	65.81	1.9169	19.33	0.2089	A
238	65.81	1.9169	19.33	0.2089	A
239	65.81	1.9169	19.33	0.2089	A
240	65.81	1.9169	19.33	0.2089	A
241	65.81	1.9169	19.33	0.2089	A
242	65.81	1.9169	19.33	0.2089	A
243	65.81	1.9169	19.33	0.2089	A
244	65.81	1.9169	19.33	0.2089	A
245	65.81	1.9169	19.33	0.2089	A
246	65.81	1.9169	19.33	0.2089	A
247	65.81	1.9169	19.33	0.2089	A
248	65.81	1.9169	19.33	0.2089	A
249	65.81	1.9169	19.33	0.2089	A
250	65.81	1.9169	19.33	0.2089	A

Calculated peaks not used in fit.

## Rietveld Refinement using FullProf

## Integrated Profile Areas

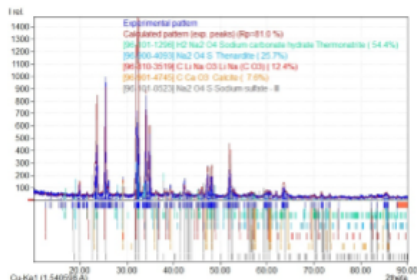
## Based on calculated profile

Profile area	Counts	Amount
Overall reflection profile	4284.0	100.00%
Background level	2000.0	46.92%
Diffraction peaks	2284.0	53.08%
Peak area belonging to selected phases	860.2	20.08%
Peak area of phase A (Sodium carbonate hydrate Thermochemical)	489.1	11.41%
Peak area of phase B (Thermite)	200.0	4.69%
Peak area of phase C (Li Na CO <sub>3</sub> Li Na CO <sub>3</sub> )	97.0	2.27%
Peak area of phase D (Calcite)	44.7	1.04%
Unidentified peak area	1598.7	37.30%

## Peak Residuals

Peak data	Counts	Amount
Overall peak intensity	5099	100.00%
Peak intensity belonging to selected phases	1081	21.22%
Unidentified peak intensity	4018	78.78%

## Diffraction Pattern Graphics



Matplotlib Copyright © 2003-2016 CERN, IMPACT, Sony, University



[illegible]

6	25.37	3.6927	21.86	0.9300
7	26.35	3.3490	26.21	0.9300
8	26.53	3.0458	26.17	0.9300
9	27.39	3.2961	30.82	0.9300
10	28.93	3.3989	8.43	0.9300
11	31.49	2.5558	56.52	0.9300
12	31.88	2.8208	1030.89	0.9300
13	31.89	2.8158	18.17	0.9300
14	32.03	2.7818	38.89	0.9300
15	32.14	2.7529	18.44	0.9300
16	32.25	2.7161	32.74	0.9300
17	32.38	2.7824	18.84	0.9300
18	33.03	2.6688	9.23	0.9300
19	33.63	2.6176	20.23	0.9300
20	33.80	2.6318	23.55	0.9300
21	34.42	2.6838	19.29	0.9300
22	34.55	2.6815	18.35	0.9300
23	34.75	2.6463	17.29	0.9300
24	35.70	2.4452	8.49	0.9300
25	43.65	2.0718	9.93	0.9300
26	44.25	2.0647	10.91	0.9300
27	44.45	2.0501	8.86	0.9300
28	44.85	2.0218	10.85	0.9300
29	44.87	2.0163	10.84	0.9300
30	45.25	2.0383	77.23	0.9300
31	45.43	1.9884	163.80	0.9300
32	45.85	1.9812	27.86	0.9300
33	46.85	1.9773	8.43	0.9300
34	47.39	1.9202	12.84	0.9300
35	47.22	1.9203	10.87	0.9300
36	47.45	1.9444	9.56	0.9300
37	47.85	1.9588	9.79	0.9300
38	47.79	1.9518	11.80	0.9300
39	48.03	1.9838	11.69	0.9300
40	53.05	1.7312	26.82	0.9300
41	55.22	1.5584	9.74	0.9300
42	59.43	1.3205	132.15	0.9300
43	59.64	1.3228	8.50	0.9300
44	59.28	1.3417	8.24	0.9300
45	60.18	1.3162	20.73	0.9300
46	66.18	1.1107	40.89	0.9300
47	73.13	0.9341	14.54	0.9300
48	75.03	0.8263	8.91	0.9300
49	76.12	0.8208	48.97	0.9300
50	76.24	0.8178	69.16	0.9300
51	76.17	0.8212	12.13	0.9300
52	80.85	1.1101	26.39	0.9300
53	80.85	1.1428	37.13	0.9300

### Rietveld Refinement using FullProf

Calculation was not run or did not converge.

### Integrated Profile Areas

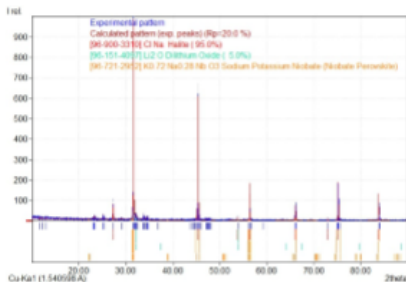
#### Based on calculated profile

Profile area	Counts	Amount
Overall reflection profile	98369	100.00%
Background correction	94552	96.10%
Diffraction peaks	38117	38.75%
Peak areas belonging to selected phases	38152	38.78%
Peak area of phase A (total)	38205	38.84%
Peak area of phase B (Diffraction Gated)	637	0.28%
Unidentified peak area	15581	15.82%

### Peak Residuals

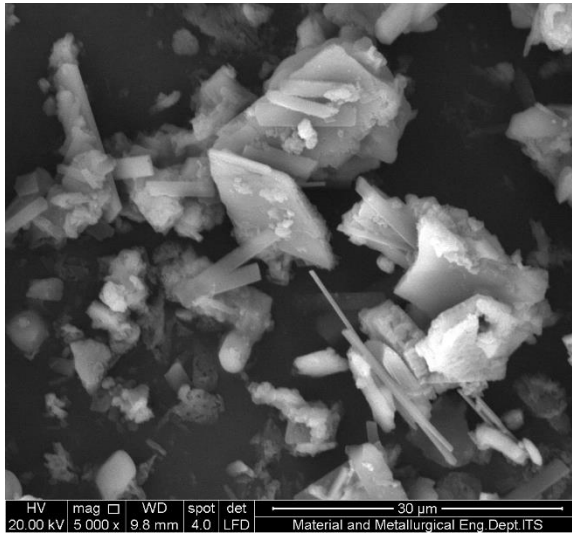
Peak data	Counts	Amount
Overall peak intensity	1169	119.30%
Peak areas belonging to selected phases	121	10.33%
Unidentified peak intensity	420	36.79%

### Diffraction Pattern Graphics

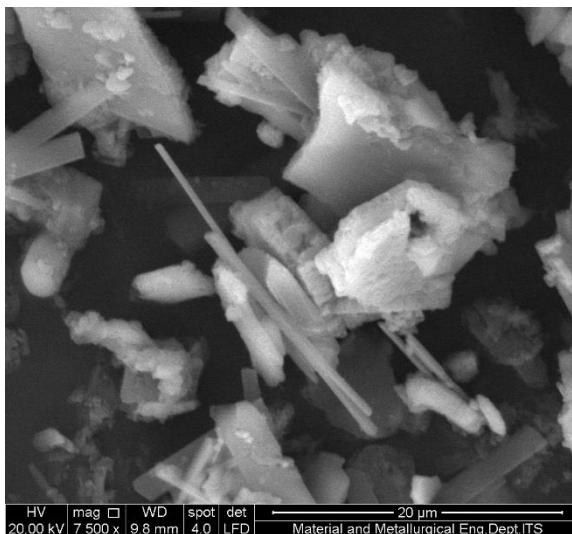


MAST Copyright © 2009-2014 CRYSTAL IMPACT, Nancy, Germany

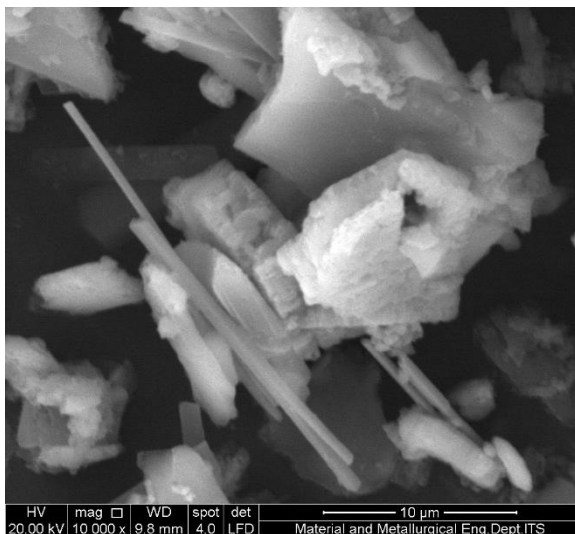
Lampiran Hasil Uji SEM  
Variabel Larutan Asam  $\text{HNO}_3$



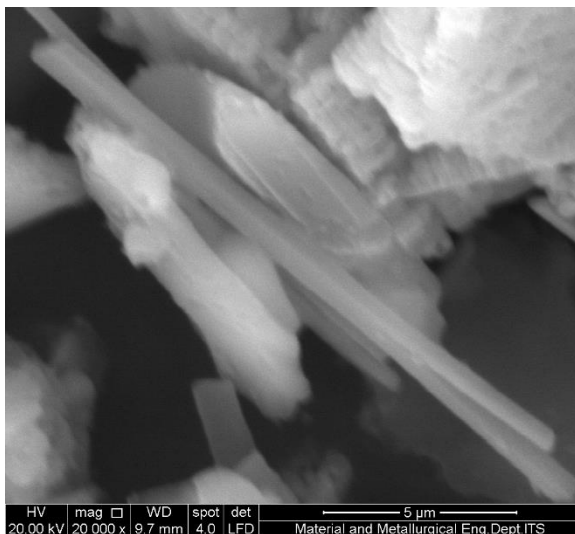
Gambar SEM variabel larutan asam  $\text{HNO}_3$  perbesaran 5000x



Gambar SEM variabel larutan asam  $\text{HNO}_3$  perbesaran 7500x

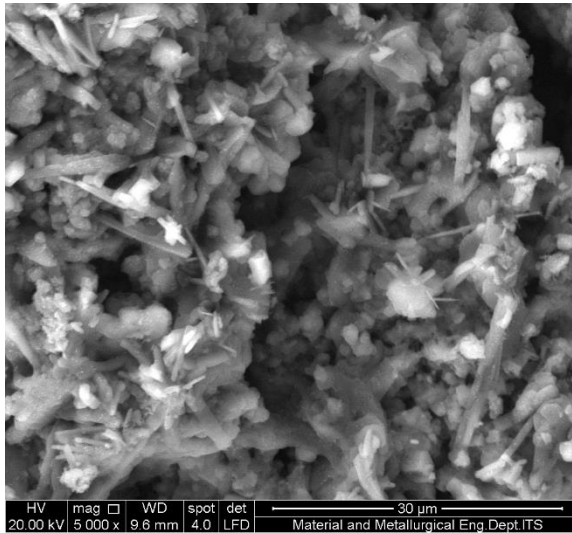


Gambar SEM variabel larutan asam  $\text{HNO}_3$  perbesaran 10000x

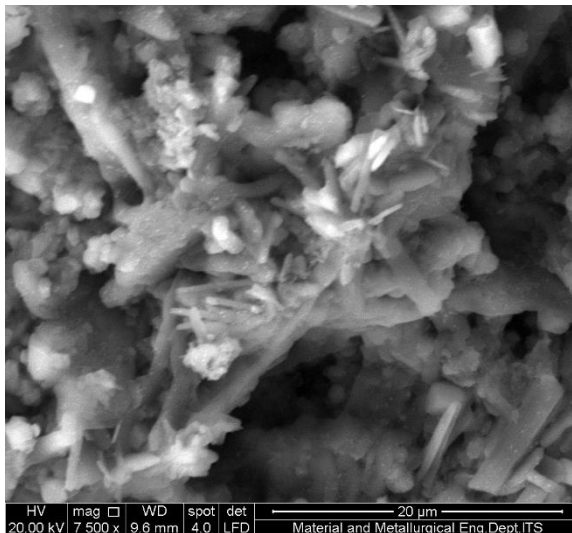


Gambar SEM variabel larutan asam  $\text{HNO}_3$  perbesaran 10000x

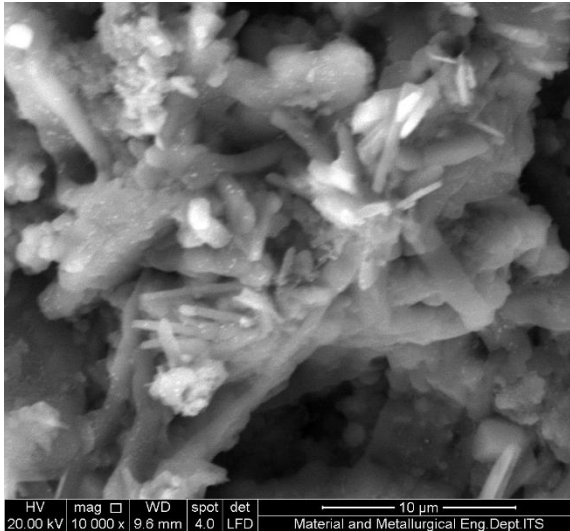
## Variabel Larutan Asam $\text{H}_2\text{SO}_4$



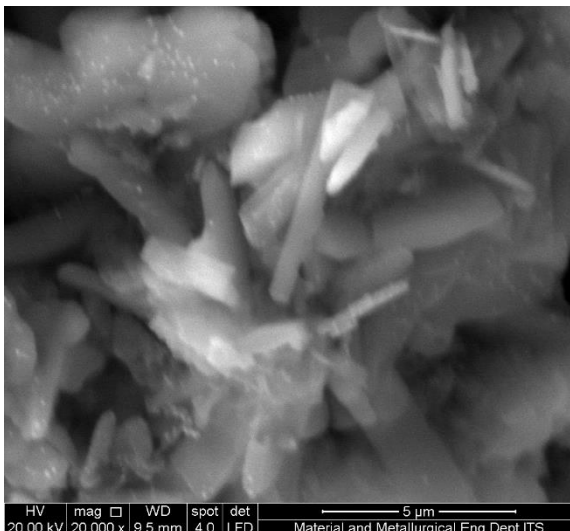
Gambar SEM variabel larutan asam  $\text{H}_2\text{SO}_4$  perbesaran 5000x



Gambar SEM variabel larutan asam  $\text{H}_2\text{SO}_4$  perbesaran 7500x

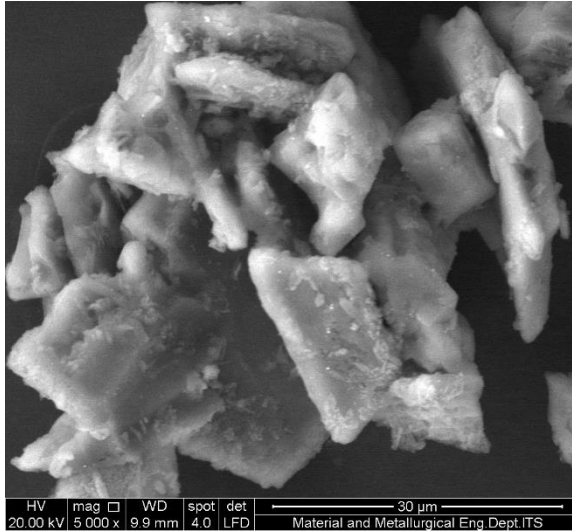


Gambar SEM variabel larutan asam  $\text{H}_2\text{SO}_4$  perbesaran 10000x

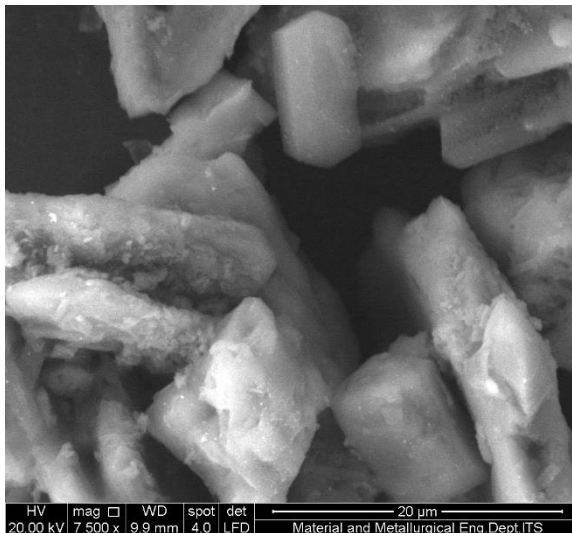


Gambar SEM variabel larutan asam  $\text{H}_2\text{SO}_4$  perbesaran 20000x

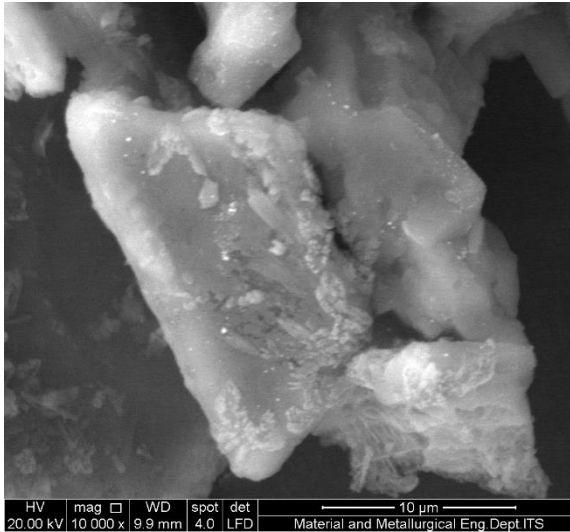
## Varibel Larutan Asam HCl



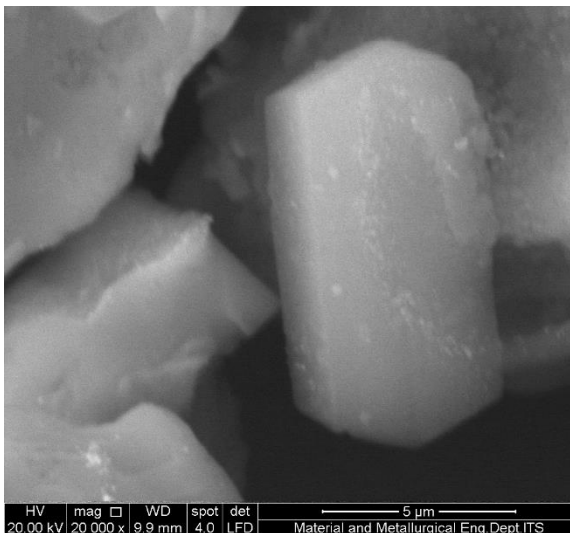
Gambar SEM variabel larutan asam HCl perbesaran 5000x



Gambar SEM variabel larutan asam HCl perbesaran 7500x



Gambar SEM variabel larutan asam HCl perbesaran 10000x



Gambar SEM variabel larutan asam HCl perbesaran 20000x



# Lampiran Hasil Uji ICP

## Variabel Larutan Asam HNO<sub>3</sub>

Certificate No. 184044-3  
July 03, 2018

5.10/F/2/2 Rev. 2/2  
page 1 of 1

### REPORT OF ANALYSIS

CLIENT : MUHAMMAD IQBAL MUHARROM  
Jl. Gading I / 43 Surabaya

RECEIVED ON : June 25, 2018

TEST REQUIRED : Lithium Analysis

VOLUME RECEIVED : 20 milliliters sample liquid in package was submitted by client

TYPE OF SAMPLE : Water

DESCRIPTION of SAMPLE : LPD 2.3 (KNO<sub>3</sub>)

METHOD & EQUIPMENT :  
Analyzed by microwave digestion and Inductively Coupled Plasma Mass Spectrometry (ICP-MS).

TEST RESULT :

Measurand	ppm (mg/L)
Lithium (Li)	0.022

Note :

Precision of the analysis batch had been checked and fulfilled the declared Laboratory Quality Control Criteria

(xxx) : ( . ) as character indicates decimal notation

Quality Assurance Manager

KJU 18060255#3

#CA-180703#22-WTR

This result related to the samples submitted only.

Veronika Erna B., ST

Variabel Larutan Asam H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>

Certificate No. 184044-2  
July 03, 2018

5.10/F/2/2 Rev. 2/2  
page 1 of 1

REPORT OF ANALYSIS

CLIENT : MUHAMMAD IQBAL MUHARROM  
Jl. Gading I / 43 Surabaya

RECEIVED ON : June 25, 2018

TEST REQUIRED : Lithium Analysis

VOLUME RECEIVED : 20 milliliters sample liquid in package was submitted by client

TYPE OF SAMPLE : Water

DESCRIPTION of SAMPLE : LPD 2.2 (H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>)

METHOD & EQUIPMENT :  
Analyzed by microwave digestion and Inductively Coupled Plasma Mass Spectrometry (ICP-MS).

TEST RESULT :

Measurand	ppm (mg/L)
Lithium (Li)	0.013

Note :  
Precision of the analysis batch had been checked and fulfilled the declared Laboratory Quality Control Criteria  
(x.xx) : ( . ) as character indicates decimal notation

Quality Assurance Manager

KJU 18060255#2  
#CA-180703#21-WTR

This result related to the samples submitted only.

Veronika Erna B., ST

# Variabel Larutan Asam HCl

Certificate No. 184044-1  
July 03, 2018

5.10/F/2/2 Rev. 2/2  
page 1 of 1

## REPORT OF ANALYSIS

CLIENT : MUHAMMAD IQBAL MUHARROM  
Jl. Gading I / 43 Surabaya

RECEIVED ON : June 25, 2018

TEST REQUIRED : Lithium Analysis

VOLUME RECEIVED : 20 milliliters sample liquid in package was submitted by client

TYPE OF SAMPLE : Water

DESCRIPTION OF SAMPLE : LPD 2.1 (HCl)

METHOD & EQUIPMENT :  
Analyzed by microwave digestion and Inductively Coupled Plasma Mass Spectrometry (ICP-MS).

TEST RESULT :

Measurand	ppm (mg/L)
Lithium (Li)	0.093

Note :  
Precision of the analysis batch had been checked and fulfilled the declared Laboratory Quality Control Criteria  
(x.xx) : (.) as character indicates decimal notation

Quality Assurance Manager

KJU 18060255#1  
#CA-180703#20-WTR

This result related to the samples submitted only.

Veronika Erna B., ST

*(Halaman ini sengaja dikosongkan)*

## BIODATA PENULIS



Penulis dilahirkan di Surabaya, 7 Mei 1997, merupakan anak keempat dari 5 bersaudara dari pasangan Suba'i Mustalim dan Muinatun. Penulis telah menempuh pendidikan formal di TK Satria Bangsa, SDN Gading I, SMPN 1 Surabaya dan SMAN 2 Surabaya. Selama SMA penulis pernah aktif sebagai Bendahara SKI (Sie Kerohanian Islam), Ketua SMC (Smada Muslim Competition) dan Anggota Club Olimpiade Fisika. Penulis melanjutkan pendidikan di Institut Teknologi Sepuluh Nopember

Departemen Teknik Material. Semasa kuliah penulis aktif di berbagai kegiatan ekstra kampus antara lain pernah menjadi Staff Kaderisasi LDJ (Lembaga Dakwah Jurusan) Ash Habul Kahfi, Ketua Pelaksana RDK (Ramadhan Di Kampus) 1437 H, Sekretaris Jenderal JMMI (Jamaah Masjid Manarul Ilmi) 1718. Penulis juga menjadi Founder KSSI (Komunitas Shaum Sunnah ITS) dan Founder GMB (Gerakan Muslim Berbagi) Surabaya. Selain itu penulis juga memiliki pengalaman kerja praktisi di PT. Dirgantara Indonesia ditempatkan di Divisi Surface Treatment menganalisis proses chromic anodizing pada pesawat terbang. Sebagai tugas akhir, penulis mengambil topik mengenai proses ekstraksi Lithium pada Lumpur Sidoarjo dengan metode Hidrometallurgi.

